

## Sachbericht (Schlussbericht)

zum Verwendungsnachweis

zu FuE Vorhaben

<b>Reg.-Nr.:</b>	<b>VF 100007</b>
<b>FuE-Einrichtung:</b>	Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff- Forschung e.V. Breitscheidstr. 97 07407 Rudolstadt
<b>Titel:</b>	„Grundlagenuntersuchungen zur Verbesserung der Effizienz von Solarthermieranlagen durch den Einsatz hocheffizienter wärmeleitfähiger Latentwärmespeichermaterialien“
<b>Projektlaufzeit:</b>	01.09.2010 – 28.02.2013

Rudolstadt, den 30.08.2013

Name und Telefonnummer des Projektleiters: Klaus Rucho. 03672-379-402

Thüringisches Institut für  
Textil- und Kunststoff-  
Forschung e.V.  
Breitscheidstraße 97  
07407 Rudolstadt-Schwarza

Firmenstempel

*Klaus Rucho*

Unterschrift des Projektleiters

*Bau*

Rechtsverbindliche Unterschrift

Stand 01.08.2013

INNO-KOM-Ost - Vorlaufforschung

Reg.-Nr.: VF 100007

**Kurztitel:** „Grundlagenuntersuchungen zur Verbesserung der Effizienz von Solarthermieranlagen durch den Einsatz hocheffizienter wärmeleitfähiger Latentwärmespeichermaterialien“

**Laufzeit:** 01.09.2010 – 28.02.2013

Name und Anschrift des Zuwendungsempfängers

**Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff- Forschung e.V.**  
**Breitscheidstr. 97**  
**07407 Rudolstadt**

Kurzfassung (Zielstellung, Ergebnisse)

#### 1. Zielsetzung

Im Rahmen des Forschungsvorhabens sollen die wissenschaftlichen und technologischen Grundlagen zur Herstellung von Latentwärmespeichermaterialien mit hoher Wärmeübertragungseffizienz für den Einsatz in Solarthermieranlagen geschaffen werden.

Zielstellung des Forschungsprojektes ist die Erreichung einer maximalen Wärmeübertragungsleistung durch die Erhöhung der thermischen Leitfähigkeit von Latentwärmespeichermaterialien (PCM) auf der Basis von Paraffin-Polymer- Verbundmaterialien. Im Forschungsvorhaben ist vorgesehen, diese mit thermisch hochleitfähigen Additiven, wie Bornitrid bzw. Carbonnanotubes zu modifizieren. Durch die Verwendung geeigneter Dispergierhilfsmittel soll eine optimale Verteilung der Additive und eine effektive Anbindung an die Matrices erreicht werden. Die Composites sollen sich durch Wärmeleitfähigkeiten von größer als  $1 \text{ W/m}^2\text{K}$  sowie durch möglichst hohe latente Wärmen bzw. Umwandlungsenthalpien auszeichnen.

#### 2. Ergebnisse

Es wurden polymergetragene PCM- Verbundmaterialien entwickelt, die Wärmeleitfähigkeiten von  $>1 \text{ W/m}^2\text{K}$  aufweisen. Über das Extrusionsverfahren wurden Bornitrid, Multi- walled Carbonnanotubes und synergistische Mischungen beider Additive eingearbeitet. Die PCM- Composites wurden ebenfalls zu Formkörpern weiterverarbeitet und umfassend charakterisiert. Es wurden die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit, die Umwandlungsenthalpien, das thermisch- mechanische Verhalten, das Migrationsverhalten und an ausgewählten Formkörpern die Zug- bzw. Reißfestigkeiten bestimmt.

An den PCM- Composites, die als polymere Matrix Polyethylen und das zyklische Polyesteroligomer bzw. das oligomere Polyethylen enthalten, werden bereits bei 20wt% Füllstoffanteil Wärmeleitfähigkeiten  $>1 \text{ W/m}^2\text{K}$  erreicht. Dies entspricht einer Erhöhung gegenüber der ungefüllten Composites um ca. 400%. Bei der Einarbeitung von 40wt% wurden  $\lambda$ - Werte von deutlich über  $2 \text{ W/m}^2\text{K}$  erreicht. Bei der Verwendung von PMMA als Matrixpolymer werden Wärmeleitfähigkeit  $>1 \text{ W/m}^2\text{K}$  bei der Einarbeitung von 30wt% der synergistischen Mischungen aus Carbonnanotubes (MWCNT) und Bornitrid erzielt. Die Migration von PCM der PMMA basierenden Compounds, welche die synergistischen MWCNT/BN- Mischungen enthalten, ist am geringsten. Unter den gewählten Versuchsbedingungen konnte mit diesen Versuchsmaterialien eine Verringerung der Migration gegenüber dem ungefüllten Composite von 50- 60% erreicht werden.

Mit ausgewählten PCM- Versuchsgranulaten wurden in einem Laborluftspeicher Versuche zur Aus- und Einspeicherung von Wärmeenergie durchgeführt und die erhöhte Effizienz der entwickelten PCM- Materialien nachgewiesen. An einem Laborversuchsstand wurden über einen längeren Zeitraum Versuche zur Ein- und Auskopplung von solarer Energie in einen mit dem Versuchsgranulat beladenen Wasserspeicher durchgeführt.

#### Veröffentlichungen

- sind geplant auf der Internetseite des TITK, in Fachzeitschriften, auf Messen (Flyer, Poster)
- Patentanmeldungen
- Prüfung der Patentfähigkeit von Ergebnissen oder Teilergebnissen erfolgt z.Z.

Rudolstadt, den 30.08.2013  
 Datum

DC Klaus Rucho

Projektleiter

Rechtsverbindliche Unterschrift

Thüringisches Institut für  
 Textil- und Kunststoff-  
 Forschung e.V.  
 Breitscheidstraße 97  
 07407 Rudolstadt-Schwarza

Stand 01.08.2013

INNO-KOM-Ost - Vorlaufforschung

# **Inhaltsverzeichnis**

## **1. Einleitung und Problemstellung**

## **2. Aufgabenstellung**

## **3. Lösungsweg und Bearbeitungsschwerpunkte**

## **II. Erzielte Vorhabensergebnisse**

### **1. Materialien, Anlagen und Verfahren**

#### 1.1. Materialien, Ausgangsrohstoffe

#### 1.2. Verwendete Anlagen und Verfahren

##### 1.2.1. Doppelschneckenextruder

##### 1.2.2. Spritzgussmaschine

##### 1.2.3. Plattenpresse

##### 1.2.4. Flachfolienanlage

##### 1.2.5. Luftspeicher

##### 1.2.6. Versuchsstand Solarthermieranlage/Wasserspeicher

### **2. Angewandte Analysemethoden**

### **3. Charakterisierung der Ausgangsrohstoffe**

### **4. Untersuchung der PCM- Verbundsysteme**

#### **4.1. Untersuchung des Verbundsystems Paraffin- MWCNT- Polymer**

##### 4.1.1. Rezepturen

##### 4.1.2. Versuchsbedingungen

##### 4.1.2.1. Extrusion/Granulierung

##### 4.1.2.2. Spritzgussversuche

##### 4.1.2.3. Pressen von Formkörpern

##### 4.1.2.4. Masterbatch- Route

##### 4.1.3. Versuchsergebnisse und Auswertung

##### 4.1.3.1. Wärmeleitfähigkeit

##### 4.1.3.2. DSC- Messungen

##### 4.1.3.3. Thermisch- mechanische Analyse

##### 4.1.3.4. Migrationsverhalten

##### 4.1.3.5. REM- Untersuchungen

#### **4.2. Untersuchung des Verbundsystems Paraffin- Bornitrid- Polymer**

##### 4.2.1. Rezepturen

##### 4.2.2. Versuchsbedingungen

##### 4.2.2.1. Extrusion/Granulierung

- 4.2.2.2. Spritzgussversuche
- 4.2.2.3. Pressen von Formkörpern
- 4.2.2.4. Masterbatch- Route
- 4.2.3. Versuchsergebnisse und Auswertung
  - 4.2.3.1. Wärmeleitfähigkeit
  - 4.2.3.2. DSC- Messungen
  - 4.2.3.3. Thermisch- mechanische Analyse
  - 4.2.3.4. Migrationsverhalten
  - 4.2.3.5. REM- Untersuchungen

### **4.3. Untersuchung des Verbundsystems Paraffin- MWCNT/Bornitrid- Polymer**

- 4.3.1. Rezepturen
- 4.3.2. Versuchsbedingungen
  - 4.3.2.1. Extrusion
  - 4.3.2.1. Spritzguss
  - 4.3.2.3. Pressen von Formkörpern
- 4.3.3. Versuchsergebnisse und Auswertung
  - 4.3.3.1. Wärmeleitfähigkeit
  - 4.3.3.3. Thermisch- mechanische Analyse
  - 4.3.3.4. Migrationsverhalten

### **5. Versuche zur Herstellung von Flachfolien**

### **6. Untersuchungen des Ein- und Ausspeicherverhaltens (Thermobox)**

- 6.1. Versuchsdurchführung
- 6.2. Versuchsauswertung

### **7. Testung der Verbundmaterialien am Solarthermie- Laborversuchsstand**

- 7.1. Versuchsdurchführung
- 7.2. Verwendete Materialien
- 7.3. Versuchsauswertung

### **Anlage: Bilder PCM- Verbundmaterialien**

**III. Bewertung der erzielten Ergebnisse in Gegenüberstellung mit den Zielsetzungen des Antrages, Bezugnahme auf die Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit, Bezugnahme auf die wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises**



**IV. Darstellung der Innovationspotenziale und Applikationsmöglichkeiten**

**V. Angaben zu erworbenen bzw. angemeldeten Schutzrechten für Vorhabensergebnisse**

**VI. Zusammenstellung aller erfolgten bzw. geplanten Veröffentlichungen (Artikel in Zeitschriften, Seminare, Schulungen, Vorträge, Messen, Ausstellungen, Präsentationen)**

**VII. Danksagung**

## **I. Technisch-technologische Zielstellung des Vorhabens**

### **1. Einleitung und Problemstellung**

Die Nutzung der solaren Energie erfordert aufgrund der zeitlichen Differenz zwischen dem Energieangebot und der Energienachfrage eine effektive Speicherung. Der Energiespeicher stellt eine Schlüsselkomponente zur weiteren Steigerung von Effizienz und Marktattraktivität von Solaranlagen dar. Mit Phasenwechselmaterialien kann gerade bei einer geringen Schwankung der Phasenwechseltemperatur eine im Vergleich zu Wasser höhere Wärmespeicherkapazität erreicht werden. Dadurch können solche Speicher im Vergleich zu Wasserspeichern wesentlich kleiner dimensioniert werden.

Für die Speicherung von Wärme- oder Kälteenergie sind latente Speichermaterialien besonders geeignet. Diese Stoffe können bei ihrer Phasenumwandlung über einen sehr geringen Temperaturbereich um den Phasenübergang große Wärmemengen speichern. Prinzipiell kommt dafür jeder Phasenübergang in Frage. Praktisch ist aber nur der Übergang fest/flüssig nutzbar. Die Verdampfungsenthalpie beim Phasenübergang flüssig/gasförmig ist zwar um das Zehnfache höher, ist aber durch die enorme Volumenzunahme technisch nur schwer beherrschbar. Bei Festphasenumwandlungen sind die Enthalpien für eine Nutzung zu gering. Gegenüber sensiblen Wärmespeichern (z.B. Flüssigkeitsbehälter) sind mit Latentspeichermaterialien hohe Energiedichten in kleinen Temperaturbereichen realisierbar und es lassen sich große Wärmemengen nahezu reversibel speichern. Es werden Speicherdichten mit den PCM erreicht, welche bei Temperaturänderungen von 10K zehn- bis zwanzigmal höher sind als Speicherdichten bei sensibler Wärmespeicherung. Als PCM können sowohl organische, als auch anorganische Stoffe eingesetzt werden. Als organische Verbindungen sind Paraffine und Zuckeralkohole und als anorganische Salze und Salzhydrate oder auch eutektische Mischungen zu nennen.

Die Paraffine zeichnen sich durch ihre hohe Zyklenstabilität aus. Sie verändern ihre thermischen Eigenschaften, wie Phasenwechseltemperatur und Speicherdichte, auch bei mehreren tausend Phasenwechseln (150- 200 J/g Speicherdichte) über die Lebensdauer des Speichers im Gegensatz zu den anorganischen Salzhydraten praktisch nicht, was insbesondere ihre Wirtschaftlichkeit ausmacht.

Nachteilig bei allen festen Latentwärmespeichermaterialien ist deren geringes Wärmetransportvermögen bzw. die niedrige Wärmeleitfähigkeit (0,15- 0,20 W/m\*K). Für die meisten Anwendungen, wie zum Beispiel in Kurzzeitspeichern ist eine schnelle Be- und Entladung des Speichermaterials gewünscht. Voraussetzung dafür ist ein schneller Wärmetransport zwischen dem Speichermedium und dem Wärmeträgerfluid.

Auf Grund der niedrigen thermischen Leitfähigkeiten, der vorhandenen Wärmeübergangswiderstände und der geringen Austauschflächen sind die erreichbaren Wärmeflussdichten aber limitiert.

Aus dieser Problemstellung ergibt sich die Aufgabenstellung des Forschungsvorhabens.

## **2. Aufgabenstellung**

Im Rahmen des Forschungsvorhabens sollen die wissenschaftlichen und technologischen Grundlagen zur Herstellung von Latentwärmespeichermaterialien mit hoher Wärmeübertragungseffizienz für den Einsatz in Solarthermieranlagen geschaffen werden.

Dabei sollen grundlegende Untersuchungen zur Beeinflussung des Ein- und Auskopplungsverhaltens an mit hochwärmeleitfähigen Additiven ausgerüsteten PCM-Speichermaterialien auf der Basis Paraffin- Polymer- Composites durchgeführt werden. Zielstellung des Forschungsprojektes ist die Erreichung einer maximalen Wärmeflussdichte des Speichermoduls durch die Verbesserung der thermischen Leitfähigkeit des Latentwärmespeichercomposites, die Optimierung des Wärmeübergangskoeffizienten im Speichermodul bei Erhaltung einer maximalen, volumenbezogenen Speicherkapazität. Im Forschungsvorhaben ist vorgesehen, ein Latentwärmespeichermaterial (PCM- phase change material) mit thermisch hochleitfähigen Additiven zu modifizieren. Die Verwendung geeigneter Polymerer bzw. Oligomerer sowie die Anwendung des hocheffizienten Extrusionsverfahrens zur Dispergierung soll eine optimale Verteilung der Additive, eine effektive Anbindung an die Matrices erreicht und das Ausschwitzen des Paraffins eingeschränkt bzw. ganz verhindert werden. Basis dazu bildet ein vom TITK eV in orientierenden Vorversuchen entwickeltes, ausschwitzarmes Wärmespeichergranulat.

## **3. Lösungsweg und Bearbeitungsschwerpunkte**

Im Forschungsvorhaben ist vorgesehen, das entsprechende Paraffin mit thermisch hochleitfähigen Additiven so zu modifizieren, dass die Wärmeleitfähigkeit der Composit- Granulate größer als 1 - 5 W/m\*K beträgt bei möglichst hoher Speicherkapazität. Das bedeutet, dass das Speichergranulat einen möglichst hohen Anteil an Paraffin bei entsprechend hoher Wärmeleitfähigkeit haben sollte. Voraussetzung dafür sind Additive mit hoher intrinsisch thermischen Leitfähigkeit, die im Composit optimal dispergiert sind, um eine hohe Anzahl von Kontaktstellen im Compound zu realisieren und auch eine hohe innere Porosität besitzen, um große Mengen Paraffin aufnehmen zu können. Als derartige Additive sind die kristallographisch hochgeordneten Kohlenstoffmodifikationen, insbesondere Kohlenstoffnanoröhren mit dem hexagonalen Kristallgitter des Graphits besonders geeignet, aber auch Keramiken, wie Bornitrid. Im Rahmen der Projektbearbeitung sollen Multiwalled Carbonnanotubes, Bornitrid mit hexagonaler Kristallstruktur sowie Mischungen beider Additive getestet werden.

Niedermolekulare Polymere bzw. Oligomere, längerkettige olefinische Wachse und auch Terpolymere mit  $\pi$ - Bindungen im Molekül (Mehrfachbindungen, Aromaten) sollten geeignete Carrier für die Additive sein. Im Rahmen des Projektes sollen ein zyklisches Polyesteroligomer (c-PBT der Fa. Cyclics), ein Reaktivwachs (Fa. Clariant) und ein SEBS- Terpolymer untersucht werden.

Auf Grund der Elektronenstruktur der MWCNT, die sich im Wesentlichen von der Graphenstruktur ableitet, sollten zwischen den Carbonnanotubes und den gewählten Dispergierhilfsmitteln  $\pi$ - $\pi$ - Wechselwirkungen sowie Wechselwirkungen der hydrophoben Reste des Dispergiermittels und der Paraffin/Polymer- Matrix zustande kommen.

Als Basispolymere werden PMMA und PE- LD verwendet. Als Latentwärmespeichermaterial wird Paraffin eingesetzt, welches einen Phasenübergang von ca. 50 °C besitzt (RT 52 der Fa. Rubitherm).

Mittels Extrusionsverfahren sollen zunächst die Wärmespeichergranulate hergestellt und in nachfolgenden Verarbeitungsschritten diese auch zu Spritzkörpern und Folien thermoplastisch verformt und die relevanten Eigenschaften des PCM- Verbundmaterials geprüft werden.

Granulate aussichtsreicher Rezepturen werden auf dem neu errichteten Versuchsstand getestet.

Die Arbeiten konzentrieren sich insbesondere auf folgende Schwerpunkte:

- Auswahl, Beschaffung und Charakterisierung der Roh- und Hilfsstoffe
- Untersuchungen der Verbundsysteme PCM/Wärmeleit- Additiv/Polymer
  - Herstellung der Composite mittels Extrusionsverfahren
  - Charakterisierung der Composites hinsichtlich ihrer Wärmeleitfähigkeit, der thermischen Eigenschaften, der Wärmespeicherkapazität (Enthalpie), des Ausschwitzverhaltens, der thermisch- mechanischen Eigenschaften
  - Versuche zur thermoplastischen Verformung der PCM- Granulate (Herstellung von Spritzkörpern, Folien und Platten) und Charakterisierung der Formkörper
- Untersuchungen zum Ein- und Ausspeicherverhalten der Composite- Materialien in einem Luftspeicher
- Untersuchung eines ausgewählten Compounds am Labor- Versuchsspeicher der Solar- Thermieanlage

## II. Erzielte Vorhabensergebnisse

### 1. Materialien, Anlagen und Verfahren

#### 1.1. Materialien, Ausgangsrohstoffe

In der nachfolgenden Tabelle sind die verwendeten Materialien sowie deren Hersteller aufgeführt:

Materialien	Hersteller/Lieferant	Spezifikation
Paraffinwachs	Fa. Rubitherm	<b>RT 52</b>
Zyklisches Polyesteroligomer	Fa. Cyclics	<b>CBT 100</b>
Oligomeres Reaktivwachs	Fa. Clariant	<b>TP Ceridust 5091</b> (Tropfpunkt: ~113 °C)
SEEPS- Triblock- Copolymer	Fa. Kuraray	<b>Septon 4055</b>
PMMA	Fa. Evonik	<b>Plexiglas N7</b>
LDPE	Fa. Dow	<b>750 E</b>



MWCNT (Multiwall- Carbonnanotubes)	Fa. Nanocyl	<b>Nanocyl 7000</b>
Bornitrid (hexagonal)	Fa. ESK Ceramics	<b>Boronid TCP012</b>

## 1.2. Verwendete Anlagen und Verfahren

<b>Technologische Stufe</b>	<b>Verfahren/Ausrüstung</b>
Herstellung der Verbundmaterialien	Gleichlaufender Doppelschneckenextruder ZSE 40 (Fa. Leistritz), Unterwassergranulator (Fa. Gala); Granulattrockner (Fa. VIBRA)
Herstellung von gepressten Platten/Prüfkörpern	Plattenpresse (Fa. Colin)
Herstellung von Spritzkörpern	Spritzgussmaschine (Fa. Battenfeld)
Herstellung von Flachfolien	Foliengießanlage (Extrusimeter, Fa. Göttfert)
Ein- und Ausspeicherversuche	Luftspeicher (TITK e.V.)
Ein- und Ausspeicherversuche	Solarthermie- Versuchsanlage

### 1.2.1. Doppelschneckenextruder

Im Rahmen Untersuchungen wurden Compoundierversuche mittels des gleichlaufenden Doppelschneckenextruders ZSE 40 L52 der Fa. Leistritz durchgeführt. Die Verformung zu Granulaten erfolgte mit einem Unterwassergranulator der Fa. Gala. Die Trocknung des Granulates erfolgte mittels eines Trockenturmes der Fa. VIBRA Maschinenfabrik Schultheiß GmbH. Die nachfolgenden Abbildungen zeigen den prinzipiellen Aufbau der Anlage sowie die Schneckenkonfiguration des Extruders.



Abb.: TITK e.V.

#### Schneckenkonfiguration ZSE 40 L52



Alle Versuche wurden mit der gleichen Schneckenkonfiguration durchgeführt.

#### 1.2.2. Spritzgussmaschine

Auf der Spritzgussmaschine der Fa. Battenfeld wurden die PCM- Compounds zu Prüfkörpern verformt. Es wurden Prüfplatten und Prüfstäbe zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit, für die thermo- mechanische Analyse und zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften hergestellt. Die nachfolgende Abbildung zeigt die verwendete Maschine.



Abb.: TITK e.V.

### 1.2.3. Plattenpresse

Zur Herstellung von Prüfkörpern zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der PCM-Composites wurde eine Plattenpresse der Fa. Collin verwendet. Die nachfolgende Abbildung zeigt die Plattenpresse.



Abb.: TITK e.V.



#### 1.2.4. Flachfolienanlage

Auf dem Extrusimeter der Fa. Göttfert wurden Versuche zur Extrusion der PCM-Compounds zu Flachfolien durchgeführt. In der nachfolgenden Abbildung ist diese Anlage dargestellt.



Abb.: Fa. Göttfert

Die Hauptaggregate der Anlage sind: Dosiereinheit, Einwellenextruder, Breitschlitzdüse, Kühlwalze, Wickel- und Schneideinrichtung.

#### 1.2.5. Luftspeicher

Zur Messung des Ein- und Auspeicherverhaltens der PCM-Compounds wurde ein Versuchsstand für einen Luftspeicher im TITK gebaut.

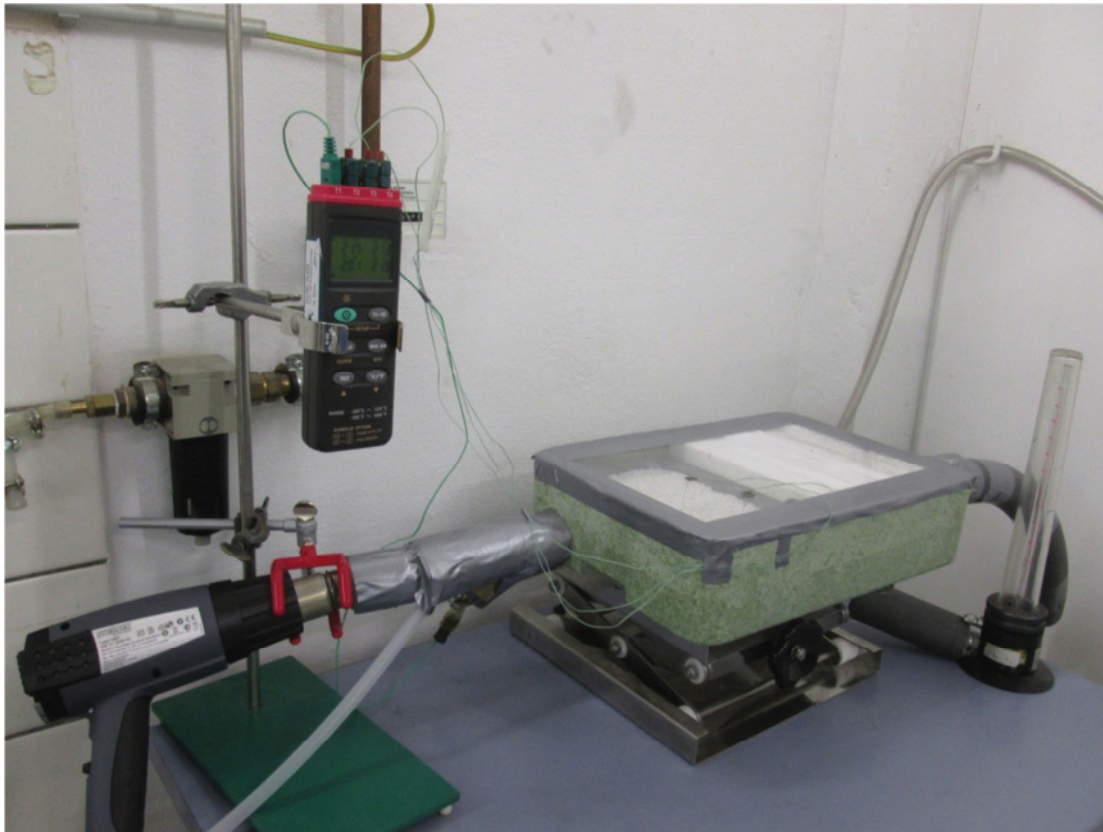


Abb.: TITK e.V.

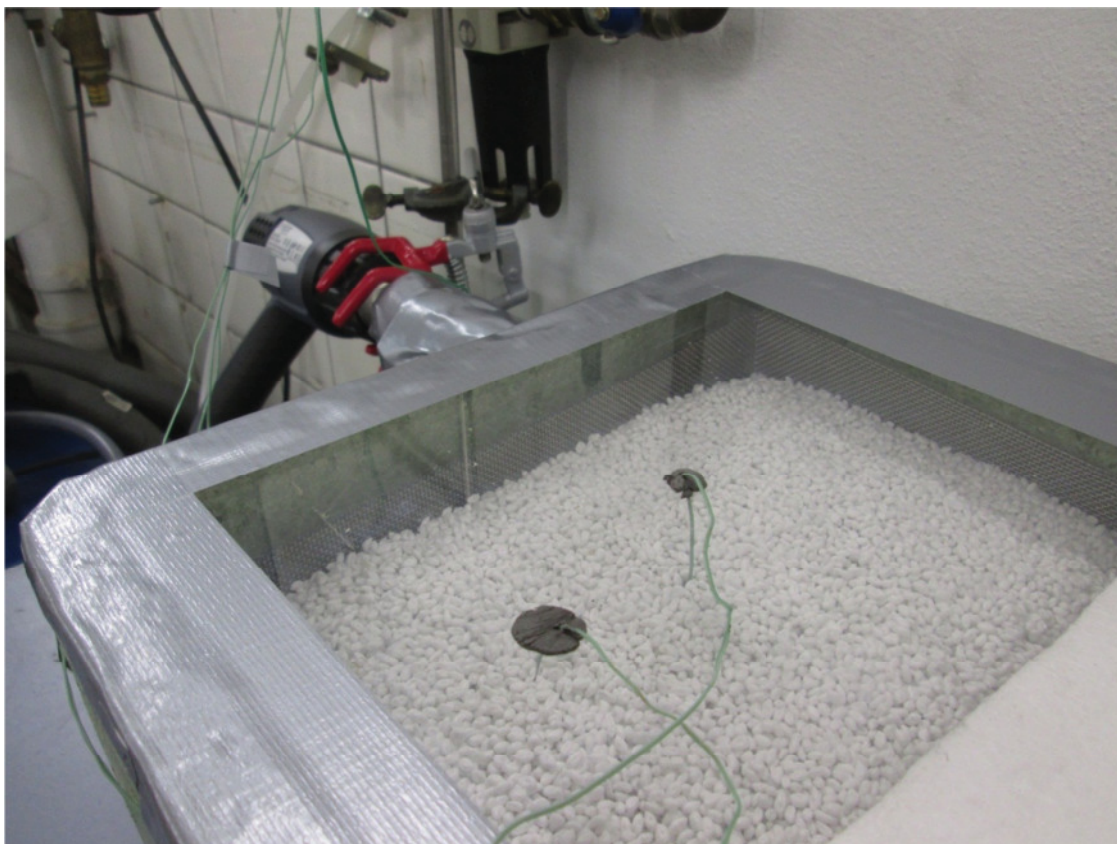


Abb.: Siebkorb mit PCM- Compound (Quelle: TITK e.V.)



Die Anlage besteht aus einer Thermobox, einer Heißluftpistole, einer Pressluftzuführung mit Reduzierstation, einem Durchflussmengenmesser sowie 4 Thermoelementen mit Datenlogger. Innerhalb der Thermobox befindet sich ein Siebkorb zur Aufnahme des Versuchsgranulates. Unterhalb des Siebkorbes ist ein Luftverteiler angeordnet zum gleichmäßigen Anströmen des Materials.

Die erzeugte Heißluft erhitzt das PCM- Compound und speichert die Energie im Phasenübergang des Paraffins ein. Beim Ausspeichern wird Pressluft aus dem Netz ( $T \sim 20^\circ\text{C}$ ) durch das PCM- Granulat geleitet. Die Temperaturmessstellen befinden sich am Luftein- und Ausgang, im PCM- Compound und im Raum der Thermobox.

Die Messwerte werden mittels Datenlogger aufgezeichnet.

Es wurden ausschließlich PCM- Composites untersucht, deren Wärmeleitfähigkeit größer als  $1 \text{ W/m}\cdot\text{K}$  betrug.

#### 1.2.6. Versuchsstand Solarthermieranlage/Wasserspeicher

Mit diesem Laborversuchsstand wurde die Ein- und Ausspeicherung von solarer Wärme in einen Wasserspeicher getestet. Die komplette Anlage wurde von der Fa. Gebäudetechnik Motzka GmbH, Werner-John-Str.1, 07407 Rudolstadt, geplant und errichtet. Die nachfolgende Abbildung zeigt das Anlagenflussschema und den Speicher.

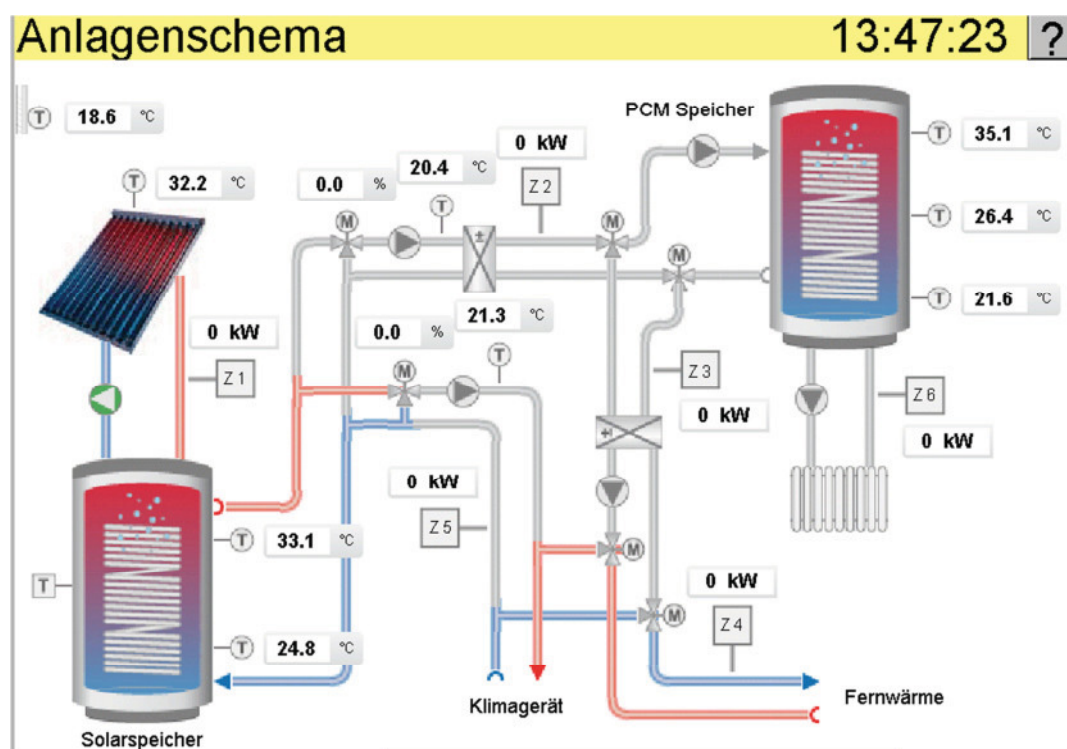


Abb.: Anlagenschema Solarthermieranlage mit Versuchsspeichern (Quelle:TITK e.V.)



Abb.a: Solar- Pufferspeicherspeicher

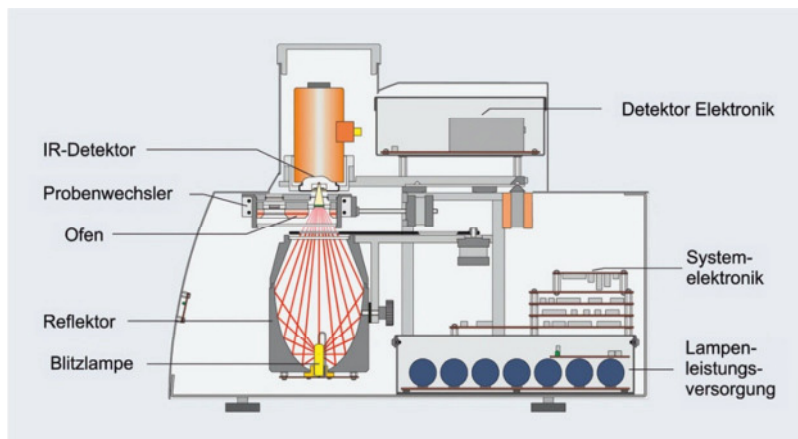


Abb. b: PCM- Versuchsspeicher

## 2. Angewandte Analysenmethoden

### *Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit*

Die Bestimmung der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit erfolgte mittels der Laserflashmethode mit der Xenon Flash Apparatur LFA 447 NanoFlash der Fa. Netzsch. Die nachfolgende Abbildung zeigt das Messprinzip dieses Gerätes.

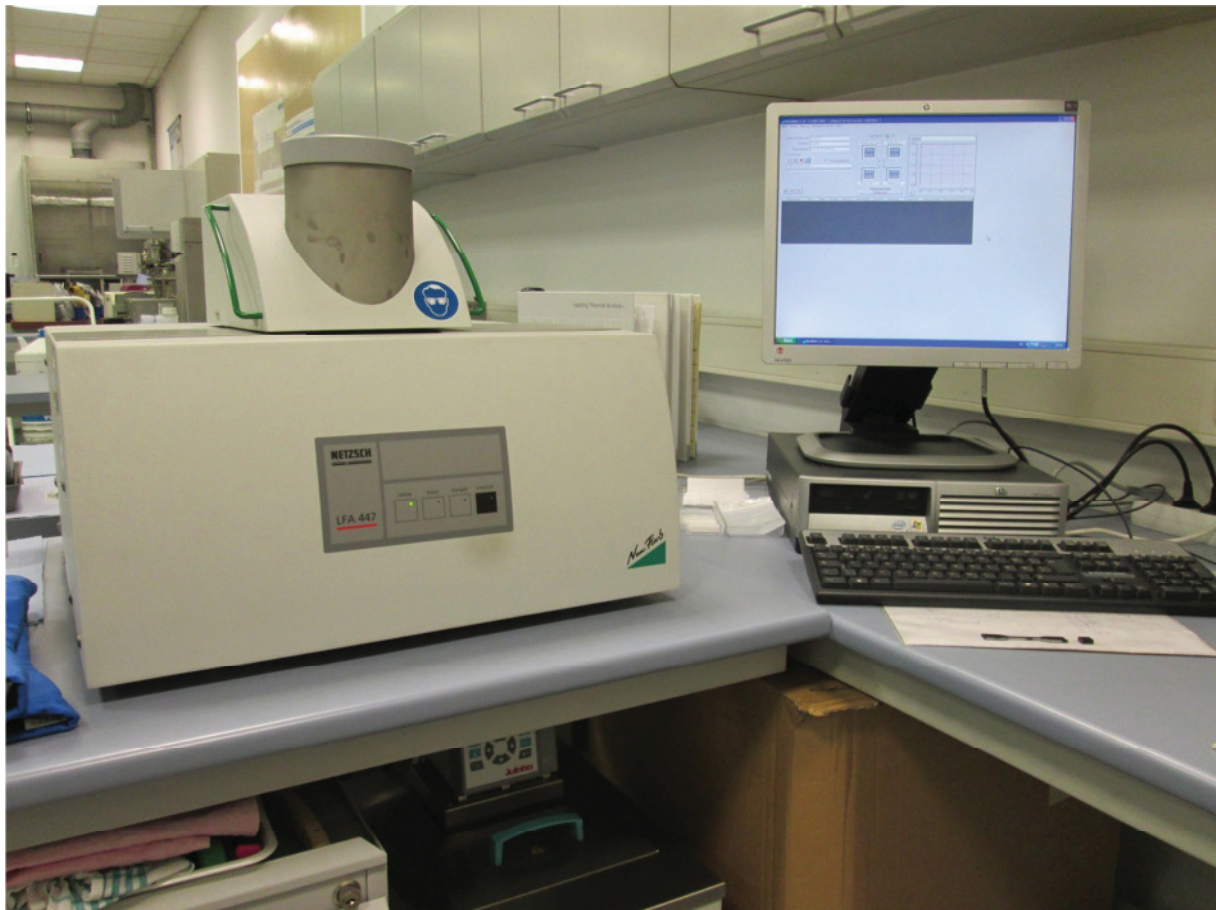


(Quelle: Fa. Netzsch Gerätebau GmbH)

Die Probe wird im Ofen auf die entsprechende Messtemperatur aufgeheizt. Durch einen kurzen Laserimpuls ( $<1\text{ms}$ ) wird die Oberfläche an der Unterseite aufgeheizt und führt zu einem Temperaturanstieg. Die zeitliche Ausbreitung des Temperaturfeldes wird gemessen und an der Probenrückseite mittels Infrarotdetektor registriert. Man erhält die Temperaturleitfähigkeit  $\alpha$  der Probe bei der entsprechenden Messtemperatur. Die spezifische Wärme  $c_p$  wird ebenfalls mit dem Gerät bestimmt. Bei bekannter Dichte des Materials wird daraus die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  nach der folgenden Gleichung bestimmt.

$$\lambda = \alpha * c_p * \rho$$

Die Messungen erfolgten bei 20 °C, 30 °C und 40 °C.



Quelle: TITK e.V.

### *Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)*

Die Bestimmung des thermischen Verhaltens und der kalorischen Daten der PCM-Composites erfolgte mittels des DSC 204 der Fa. Netzsch. Als Messverfahren wird die Wärmestrommessung angewandt (DIN 11357- 1).



Die Messungen erfolgten einheitlich über einen Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 100 °C, einer Heiz- und Kühlrate von 2K/Min und unter N<sub>2</sub>-Atmosphäre. Es wurden jeweils 2 Aufheizungen und 2 Abkühlungen aufgezeichnet.

#### *Thermisch- mechanische Analyse TMA*

Die Messungen wurden mit dem Thermomechanischen Analysator TMA 202 der Fa. Netzsch im Temperaturbereich von -30 °C bis 60 °C durchgeführt.



Quelle: TITK e.V.

#### *Dichte*

Die Bestimmung der Dichte erfolgte mittels des AccuPyc 1330 der Fa.micromeritics. Das Heliumpyknometer arbeitet nach dem Prinzip der Gasverdrängung.

#### *Migrationsuntersuchungen*

Die Messungen des Migrationsverhaltens erfolgten nach dem gravimetrischen Verfahren. Dazu wurden die entsprechenden Prüfkörper (Iso- Normstäbe, Platten)

bei 90 °C im Trockenschrank gelagert und zeitabhängig die migrierte Menge an Paraffin gravimetrisch bestimmt.

#### *REM/EDX*

Diese Untersuchungen wurden von der Fa. UP Transfer Potsdam durchgeführt.

#### *Mechanische Eigenschaften*

Die Eigenschaften wurden im Zugversuch (DIN EN ISO 527) sowie im Weiterreißversuch (DIN 53 363) von ausgewählten Proben bestimmt.

### **3. Charakterisierung der Ausgangsrohstoffe**

Von den Ausgangsmaterialien wurden die relevanten Parameter bzw. technischen Eigenschaften bestimmt.

Von den PCM, den Polymeren, den oligomeren Dispergiermitteln wurde das Schmelz- und Kristallisationsverhalten mittels DSC (Dynamischer Differenzkalorimetrie) untersucht. Es wurden Phasenumwandlungspunkte und die Umwandlungsenthalpien bestimmt. Weiterhin wurden die Scherviskositäten, und die Wärmeleitfähigkeit ermittelt. Die Werte der Korngrößenverteilungen für die WLF-Additive, Carbonnanotubes (MWCNT) und Bornitrid wurden aus den technischen Spezifikationen der Hersteller entnommen

In der nachfolgenden Tabelle sind die Materialien sowie die Analysenergebnisse aufgeführt:

#### *a) DSC- Analytik*

<b>Rohmaterial</b>	<b>T<sub>g</sub> [°C]</b>	<b>T<sub>s</sub> [°C]</b>	<b>T<sub>k</sub> [°C]</b>	<b>Δ<sub>u</sub>H [J/g]</b>
Paraffinwachs RT 52	-	52,8	49,8	173,2
Cycl. Polyester- Oligomer CBT 100	-	142 180	97/105 147	13,4 13,3
Acrylsäure- Montanwachs Ceridust 5091	-	73,1	65,4	115,3



SEEPS- Terpolymer Septon 4055	< RT	-	-	-
PMMA Plexiglas 7N	108	-	-	-
LLDPE Sabic 726 N	<RT	123,9	106,5	110,7

Legende : T<sub>g</sub> : Glasübergangstemperatur (on- set)  
 T<sub>s</sub>: Schmelztemperatur (Peak)  
 T<sub>k</sub>: Kristallisationstemperatur  
 ΔuH: Umwandlungsenthalpie  
 RT: Raumtemperatur

*b) Wärmeleitfähigkeit, Dichte, dynamische Viskosität bzw. Schmelzindex*

<b>Rohmaterial</b>	<b>WLF</b>	<b>Dichte</b>	<b>Viskosität</b>
	<b>[W/m*K]</b>	<b>[g/cm<sup>3</sup>]</b>	
Paraffinwachs RT 58/60	0,17	0,9126	25 mPas
Cycl. Polyester- Oligomer CBT 100 (ohne Kat)	0,21	1,1388	18 mPas (200 °C) 95 mPas (180 °C)
Acrylsäure- Montanwachs Ceridust 5091	0,18	1,0531	15 mPas (200 °C)
SEEPS- Terpolymer Septon 4055	0,20	0,9122	> 10 <sup>4</sup> Pas (200 °C, 1 s <sup>-1</sup> )
PMMA Plexiglas 7N	0,19	1,1900	4,1 ccm/10Min (MVR : 230 °C, 3,8kg)
LDPE Dow750E	0,35	0,9260	0,3 g/ 10 Min (MFR :190 °C, 2,16kg)

*c) Korngrößen,- Verteilung WLF- Additive*

Nanocyl 7000 (MWCNT), Herstellerangabe Fa. Nanocyl

d: 9,5 nm

l: 1500 nm

*Boronid S12*: (hexagonales Bornitrid), Herstellerangabe Fa. ESK

d(0,1): 3 µm

d(0,5): 12 µm

d(0,9): 28 µm

d(0,97): 36 µm

#### **4. Untersuchung der PCM- Verbundsysteme**

Im Rahmen dieser Arbeitspakete wurden Compoundierversuche mittels des gleichlaufenden Doppelschneckenextruders ZSE 40 L52 der Fa. Leistritz durchgeführt. Die Verformung zu Granulaten erfolgte mit einem Unterwassergranulator der Fa. Gala. Als Wärmeleitadditive wurden MWCNT (Nanocyl 7000), Bornitrid (Boronid TCP012) und Mischungen von beiden Materialien in das PCM- Compound unter Verwendung des zyklischen Polyester- Oligomeren CBT100, des Reaktivwachses Ceridust 5091 sowie Septon 4055 und als Matrixpolymere Polymethylmethacrylat (Plexiglas 7N) bzw. PE-LD(Dow 750E) mittels Extrusionsverfahren eingebracht. Die Extrusions- und Granulierparameter wurden optimiert und an die PCM- Composite- Rezepturen angepasst. Um den Einfluss der Scherung der Schmelze auf die Dispergiergüte zu untersuchen, wurden Extrusionsversuche mit unterschiedlichen Schneckendrehzahlen durchgeführt. Von ausgewählten Compounds wurden Spritzkörper, gepresste Platten sowie Flachfolien hergestellt und geprüft. Außerdem wurden Versuche ausschließlich mit Bornitrid über die Masterbatchroute durchgeführt.

Von den PCM- Composites wurden folgende Parameter ermittelt:

- Dichte
- Wärmeleitfähigkeit von gepressten und gespritzten Prüfkörpern bei 20 °C, 30 °C und 40 °C
- Bestimmung der Schmelz- und Kristallisationsenthalpie, des Schmelz- und Kristallisationsbereiches sowie der Unterkühlung

- Bestimmung des thermo- mechanischen Verhaltens (TMA)
- Orientierende Untersuchungen zur Additivverteilung mittels REM (Kryobrush d. Prüfkörper)
- Messung der Migration
- Messungen des Ein-und Ausspeicherhaltens der Composites
- Bestimmung ausgewählter mechanischer Eigenschaften an Flachfolien

#### **4.1. Untersuchung des Verbundsystems Paraffin- MWCNT- Polymer**

##### **4.1.1. Rezepturen**

<b>Vers.-Nr.</b>	<b>RT52 [wt%]</b>	<b>PMMA [wt%]</b>	<b>PE-LD [wt%]</b>	<b>Septon [wt%]</b>	<b>CBT100 [wt%]</b>	<b>Ceridust [wt%]</b>	<b>MWCNT [wt%]</b>
RT60-00	60	30	-	10	-	-	-
RT60/S- NT20	60	10	-	10	-	-	20
RT65/S- NT25	65	5	-	5	-	-	25
RT55/S- NT25	55	10	-	10	-	-	25
RT60/B- NT20	60	5	-	10	5	-	20
RT65/B- NT25	65	-	-	5	5	-	25
RT55/B- NT25	55	5	-	10	5	-	25
RT60/C- NT20	60	5	-	10	-	5	20
RT601- 00	60	-	30	10	-	-	-
RT601/S- NT20	60	-	10	10	-	-	20
RT601/S- NT25	65	-	5	5	-	-	25

RT601/B-NT20	60	-	10	-	10	-	20
RT601/B-NT25	65	-	5	-	5	-	25
RT601/C-NT20	60	-	10	-	-	10	20
RT601/C-NT25	65	-	5	-	-	5	25

Anmerkungen:

- in Vorversuchen wurde ermittelt, dass die Einarbeitung von MWCNT über 25wt%(~15,7vol%) während der Extrusion zu keinen granulier fähigen Compounds führte; die Nanotubes wurden nicht mehr optimal mit der Matrix benetzt und es kam zu Verstopfungen der Schmelzeaustragsdüsen
- MWCNT- Konzentrationen kleiner 20wt% (~12,2vol%) ergeben unbefriedigende Wärmeleitfähigkeiten

#### 4.1.2. Versuchsbedingungen

##### 4.1.2.1. Extrusion/Granulierung

Extruder	
Dosierort	alle Materialien: Einzugszone
Drehzahl	200 bzw. 400 U/Min
Durchsatz	20 kg/h
Unterwassergranulator	
Anzahl Messer	4
Düsenlöcher	6
Drehzahl	3000 U/Min
Temperatur Düsenplatte	200 °C
Wassertemperatur	25 °C

Temperaturregime Extruder

Zone	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Schmelze
Ist [°C]	65	95	200	265	260	260	260	276	235	160	150	160	150

#### **4.1.2.2. Spritzgussversuche**

Im Rahmen dieser Versuche sollten für die unterschiedlichen Rezepturvarianten optimale Spritzgussbedingungen gefunden werden. Die Versuchsgranulate wurden zu Platten unterschiedlicher Größe und Stärke verspritzt. Die erforderlichen normgerechten Prüfkörper wurden aus den Platten herausgesägt bzw. herausgefräst. In den nachfolgenden Abbildungen sind die Spritzparameter dargestellt:



RT60 – 00 (Platten:100x100x5mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span>Soll C</span> <span>200</span> <span>195</span> <span>190</span> <span>190</span> <span>30</span> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">50,00</span> s <b>Werkzeugtemperatur:</b> 30 C				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>300</span> <span>300</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>120,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Trocknung:</b> Schneckendurchmesser: 40 mm  Volumen A <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">120,0</span> Restvolumen A 44,1 Umschaltpunkt A <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">75,0</span> Füllzeit 1,07  Volumen B <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,01</span> Restvolumen B 0,00 Umschaltpunkt B <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</span> Füllzeit 0,00 Zykluszeit 67,83				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>5,0</span> <span>50,0</span> <span>50,0</span> <span>50,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>8,0</span> <span>12,0</span> </div>					Zyl. B Soll C <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</span>				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 150									
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>125</span> <span>125</span> <span>125</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>30,00</span> <span>29,50</span> <span>0,00</span> </div>									

RT60 – 00 (Platten:60x60x2mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span>Soll C</span> <span>200</span> <span>195</span> <span>190</span> <span>190</span> <span>30</span> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">25,00</span> s <b>Werkzeugtemperatur:</b> 30 C				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>250</span> <span>250</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>60,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Trocknung:</b> Schneckendurchmesser: 40 mm  Volumen A <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">60,0</span> Restvolumen A -0,2 Umschaltpunkt A <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">40,0</span> Füllzeit 0,32  Volumen B <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,01</span> Restvolumen B 0,00 Umschaltpunkt B <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</span> Füllzeit 0,00 Zykluszeit 0,00				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>5,0</span> <span>100,0</span> <span>100,0</span> <span>100,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>8,0</span> <span>12,0</span> </div>					Zyl. B Soll C <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</span>				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 360									
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>120</span> <span>120</span> <span>120</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>30,00</span> <span>29,50</span> <span>0,00</span> </div>									

RT60/S- NT20 (Platten: 100x100x5mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <span style="margin-right: 10px;">Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">200</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">195</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">185</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">35</div> </div> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">35,00</div> s				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>250</span> <span>250</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>72,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>30</span> <span>30</span> </div>					<b>Werkzeugtemperatur:</b> 30 C				
					<b>Trocknung:</b> 3 h 40 C				
					<b>Schneckendurchmesser:</b> 40 mm				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>5,0</span> <span>12,0</span> <span>25,0</span> <span>50,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>10,0</span> <span>32,0</span> </div>					<b>Volumen A</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">72,0</div> <b>Restvolumen A</b> 1,2 <b>Umschaltpunkt A</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">16,2</div> <b>Füllzeit</b> 2,10 <b>Volumen B</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">0,01</div> <b>Restvolumen B</b> 0,00 <b>Umschaltpunkt B</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">0,00</div> <b>Füllzeit</b> 0,00 <b>Zykluszeit</b> 0,00				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 383					<b>Zyl. B Soll C</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">210</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">190</div>				
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>100</span> <span>300</span> <span>300</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>30,00</span> <span>29,50</span> <span>0,00</span> </div>									

RT60/S- NT20 (Platten: 60yx (P60x60x2mm))									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <span style="margin-right: 10px;">Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">205</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">200</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">195</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">30</div> </div> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">25,00</div> s				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>150</span> <span>150</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>22,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Werkzeugtemperatur:</b> 30 C				
					<b>Trocknung:</b> 3 h 40 C				
					<b>Schneckendurchmesser:</b> 40 mm				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>10,0</span> <span>10,0</span> <span>10,0</span> <span>10,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>5,0</span> <span>10,0</span> </div>					<b>Volumen A</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">22,0</div> <b>Restvolumen A</b> 121,3 <b>Umschaltpunkt A</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">5,8</div> <b>Füllzeit</b> 3,50 <b>Volumen B</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">0,01</div> <b>Restvolumen B</b> 0,00 <b>Umschaltpunkt B</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">0,00</div> <b>Füllzeit</b> 0,00 <b>Zykluszeit</b> 0,00				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 323					<b>Zyl. B Soll C</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">210</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 20px;">190</div>				
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>100</span> <span>220</span> <span>220</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>25,00</span> <span>24,50</span> <span>0,00</span> </div>									

Anmerkung:

- die Versuchseinstellungen ...NT25 wurden mit den gleichen Parametern gespritzt

<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">RT60/B- NT20 ((Platten:100x100x5mm))</div>									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <span style="margin-right: 10px;">Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">200</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">195</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">185</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">35</div> </div> </div>					<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Kühlzeit: <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">40,00</span> s</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Werkzeugtemperatur: 30 C</div>				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>350</span> <span>350</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>70,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>10</span> <span>10</span> </div>					<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Trocknung: 3 h 40 C</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Schneckendurchmesser: 40 mm</div>				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>4,0</span> <span>5,0</span> <span>12,0</span> <span>20,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>15,0</span> <span>30,0</span> </div>					<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Volumen A <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">70,0</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Restvolumen A 10,1</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Umschaltpunkt A <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">14,5</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Füllzeit 5,15</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Volumen B <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">0,01</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Restvolumen B 0,00</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Umschaltpunkt B <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">0,00</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Füllzeit 0,00</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Zykluszeit 0,00</div>				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 275					<div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Zyl. B Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> </div> </div>				
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>100</span> <span>250</span> <span>250</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>20,00</span> <span>19,50</span> <span>0,00</span> </div>									

<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">RT60/B- NT20 (Platten:60x60x2mm)</div>									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <span style="margin-right: 10px;">Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">205</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">200</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">195</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">35</div> </div> </div>					<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Kühlzeit: <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">30,00</span> s</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Werkzeugtemperatur: 30 C</div>				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>300</span> <span>300</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>72,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Trocknung: 3 h 40 C</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Schneckendurchmesser: 40 mm</div>				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>4,0</span> <span>5,0</span> <span>22,0</span> <span>40,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>15,0</span> <span>30,0</span> </div>					<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Volumen A <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">72,0</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Restvolumen A 9,4</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Umschaltpunkt A <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">16,4</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Füllzeit 2,69</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Volumen B <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">0,01</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Restvolumen B 0,00</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Umschaltpunkt B <span style="border: 1px solid black; padding: 0 10px;">0,00</span></div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Füllzeit 0,00</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Zykluszeit 0,00</div>				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 260					<div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Zyl. B Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> </div> </div>				
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>100</span> <span>250</span> <span>250</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>25,00</span> <span>24,50</span> <span>0,00</span> </div>									

Anmerkung:

- die Versuchseinstellungen ...NT25 wurden mit den gleichen Parametern gespritzt

RT60/C- NT20 (Platten: 100x100x5mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span>Soll C</span> <span>200</span> <span>195</span> <span>190</span> <span>185</span> <span>35</span> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">35,00</span> s <b>Werkzeugtemperatur:</b> 30 C				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>250</span> <span>250</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>75,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Trocknung:</b> 3 h 40 C <b>Schneckendurchmesser:</b> 40 mm				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>5,0</span> <span>12,0</span> <span>25,0</span> <span>50,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>10,0</span> <span>32,0</span> </div>					<b>Volumen A</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">75,0</span> <b>Restvolumen A</b> 7,5 <b>Umschaltpunkt A</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">17,4</span> <b>Füllzeit</b> 2,09 <b>Volumen B</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,01</span> <b>Restvolumen B</b> 0,00 <b>Umschaltpunkt B</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</span> <b>Füllzeit</b> 0,00 <b>Zykluszeit</b> 0,00				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 346					<b>Zyl. B Soll C</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</span>				
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>100</span> <span>300</span> <span>300</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>30,00</span> <span>29,50</span> <span>0,00</span> </div>									

RT60/C- NT20 (Platten: 60x60x2mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <span>Soll C</span> <span>205</span> <span>200</span> <span>195</span> <span>190</span> <span>40</span> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">25,00</span> s <b>Werkzeugtemperatur:</b> 30 C				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>150</span> <span>150</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>22,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Trocknung:</b> 3 h 40 C <b>Schneckendurchmesser:</b> 40 mm				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <span>10,0</span> <span>10,0</span> <span>10,0</span> <span>10,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>10,0</span> <span>15,0</span> </div>					<b>Volumen A</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">22,0</span> <b>Restvolumen A</b> 3,1 <b>Umschaltpunkt A</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">6,2</span> <b>Füllzeit</b> 2,21 <b>Volumen B</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,01</span> <b>Restvolumen B</b> 0,00 <b>Umschaltpunkt B</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</span> <b>Füllzeit</b> 0,00 <b>Zykluszeit</b> 16,28				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 226					<b>Zyl. B Soll C</b> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</span> <span style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</span>				
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>100</span> <span>220</span> <span>220</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <span>25,00</span> <span>24,50</span> <span>0,00</span> </div>									

Anmerkung:

- die Versuchseinstellungen ...NT25 wurden mit den gleichen Parametern gespritzt

RT601/S- 00 (Platten: 60x60x2mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <span style="margin-right: 10px;">Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">185</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">180</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">170</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">30</div> </div> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px; display: inline-block;">20,00</div> s  <b>Werkzeugtemperatur:</b> 40 C				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>150</span> <span>150</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>22,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Trocknung:</b> -  <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Volumen A</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">22,0</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Restvolumen A</span> <span>0,6</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Umschaltpunkt A</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">12,0</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Füllzeit</span> <span>5,56</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Volumen B</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,01</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Restvolumen B</span> <span>0,00</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Umschaltpunkt B</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Füllzeit</span> <span>0,00</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Zykluszeit</span> <span>0,00</span> </div>				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">10,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">10,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">10,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">10,0</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">5,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">10,0</div> </div>					<div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Zyl. B Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">200</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> </div> </div>				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 176									
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">100</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">20,00</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">19,50</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</div> </div>									

RT601/S- 00 (Platten:80x80x4mm)									
<b>Temperaturprofil:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Düse</span> <span>Zone 1</span> <span>Zone 2</span> <span>Zone 3</span> <span>Einzug</span> </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <span style="margin-right: 10px;">Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">180</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">175</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">170</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">160</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">30</div> </div> </div>					<b>Kühlzeit:</b> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px; display: inline-block;">50,00</div> s  <b>Werkzeugtemperatur:</b> 40 C				
<b>Dosieren:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>v [mm/s]</span> <span>150</span> <span>150</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <span>0,0</span> <span>42,0</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <span>40</span> <span>40</span> </div>					<b>Trocknung:</b> -  <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Volumen A</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">42,0</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Restvolumen A</span> <span>0,7</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Umschaltpunkt A</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">12,0</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Füllzeit</span> <span>0,22</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Volumen B</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,01</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Restvolumen B</span> <span>0,00</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Umschaltpunkt B</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Füllzeit</span> <span>0,00</span> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Zykluszeit</span> <span>0,00</span> </div>				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Q [ccm/s]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">8,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">8,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">8,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">8,0</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>V [ccm]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">5,0</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">10,0</div> </div>					<div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>Zyl. B Soll C</span> <div style="display: flex; gap: 5px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">220</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">210</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">200</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">190</div> </div> </div>				
<b>Einspritzdruck Spitzenwert</b> 257									
<b>Nachdruck:</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>p [bar]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">100</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">260</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">260</div> </div> <div style="display: flex; justify-content: space-between; font-size: small;"> <span>t [s]</span> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">25,00</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">24,50</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px 10px;">0,00</div> </div>									

Anmerkung:

- die Versuchseinstellung RT601/S- NT20 wurde mit den gleichen Parametern gespritzt
- alle anderen Versuchsgranulate konnten nicht zu Formkörpern verspritzt werden

#### 4.1.2.3. Pressen von Formkörpern

Um den Einfluss der zweimaligen Dispergierung und Scherung beim Spritzguss auf die Wärmeleitfähigkeit der Composites zu untersuchen, wurden mittels Pressverfahren entsprechende Prüfkörper hergestellt und ausgeprüft. Die folgende Tabelle enthält die Pressparameter:



Presstemperatur	120 °C
Presszeit	5 Min.
Kühlen/Entformen	< 30 °C

#### 4.1.2.4. Masterbatch- Route

Diese Versuche mussten abgebrochen werden, da Konzentrationen an Carbonnanotubes über 25wt% im Verbundmaterial nicht realisiert werden konnten. Die Benetzung der MWCNT mit Paraffin/Polymer während der Extrusion reichte nicht aus, um einen gleichmäßigen Schmelzestrang zu erzeugen.

#### 4.1.3. Versuchsergebnisse und Auswertung

##### 4.1.3.1. Wärmeleitfähigkeit

In der nachfolgenden Tabelle sind die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten der gespritzten und gepressten PCM- Composites bei den Temperaturen 20 °C/30 °C/40 °C dargestellt.

##### a) Gespritzte Platten

Lfd.Nr.	Vers.-Nr.	Temperaturleitfähigkeit [mm <sup>2</sup> /s]			Wärmeleitfähigkeit [W/m*K]		
		20 °C	30 °C	40 °C	20 °C	30 °C	40 °C
		<i>RT 60 - Serie</i>					
1	RT60-00	0.124	0.084	0.077	0.256	0.257	0.216
2	RT60/S-NT20/2	0.224	0.142	0.143	0.500	0.488	0.432
3	RT60/S-NT20/4	0.205	0.138	0.136	0.452	0.466	0.423
4	RT60/B-NT20/2	0.209	0.136	0.133	0.451	0.472	0.410
5	RT60/B-NT20/4	0.214	0.137	0.135	0.454	0.466	0.403
6	RT60/C-NT20/2	0.220	0.138	0.138	0.494	0.515	0.418
7	RT60/C-NT20/4	0.212	0.133	0.133	0.476	0.474	0.416
8	RT55/S-NT25	0.294	0.208	0.204	0.685	0.710	0.601
9	RT65/S-NT25	0.306	0.216	0.222	0.711	0.768	0.650
10	RT65/B-NT25	0.299	0.194	0.203	0.696	0.721	0.614

	<i>RT 601 - Serie</i>						
	<b>RT601- 00</b>	0.131	0.082	0.076	0.296	0.316	0.269
	<b>RT601/S-NT20</b>	0.397	0.264	0.270	0.920	1.020	0.876

*b) Gepresste Platten*

Lfd.Nr.	Vers.-Nr.	Temperaturleitfähigkeit [mm <sup>2</sup> /s]			Wärmeleitfähigkeit [W/m*K]		
		20 °C	30 °C	40 °C	20 °C	30 °C	40 °C
		<i>RT 60 - Serie</i>					
1	<b>RT60-00</b>	0.106	0.070	0.063	0.242	0.244	0.202
2	<b>RT60/S-NT20/2</b>	0.220	0.142	0.142	0.498	0.510	0.437
3	<b>RT60/S-NT20/4</b>	0.203	0.131	0.130	0.470	0.471	0.419
4	<b>RT60/B-NT20/2</b>	0.216	0.136	0.136	0.452	0.512	0.426
5	<b>RT60/B-NT20/4</b>	0.220	0.141	0.138	0.461	0.520	0.432
6	<b>RT60/C-NT20/2</b>	0.223	0.147	0.142	0.504	0.555	0.483
7	<b>RT60/C-NT20/4</b>	0.214	0.140	0.138	0.508	0.539	0.472
8	<b>RT55/S-NT25</b>	0.318	0.223	0.231	0.684	0.765	0.647
9	<b>RT65/S-NT25</b>	0.318	0.220	0.234	0.701	0.790	0.692
10	<b>RT55/B-NT25</b>	0.299	0.202	0.220	0.631	0.729	0.595
11	<b>RT65/B-NT25</b>	0.304	0.202	0.214	0.658	0.741	0.665
		<i>RT 601 - Serie</i>					
	<b>RT601- 00</b>	0.129	0.082	0.081	0.290	0.295	0.270
	<b>RT601/S-NT20</b>	0.378	0.248	0.242	0.908	0.980	0.832

Anmerkungen zu den Tabellen:

- Messung der Proben in x- Richtung
- .../2 : Drehzahl Extruder: 200 U/Min.
- .../4 : Drehzahl Extruder: 400 U/Min.

Die nachfolgenden Graphen zeigen die Korrelationen zwischen der Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeit der PCM- Composites und Scherung im Extruder, der Verformung der Granulate (Spritzguss, Pressen) und der Konzentration der MWCNT.

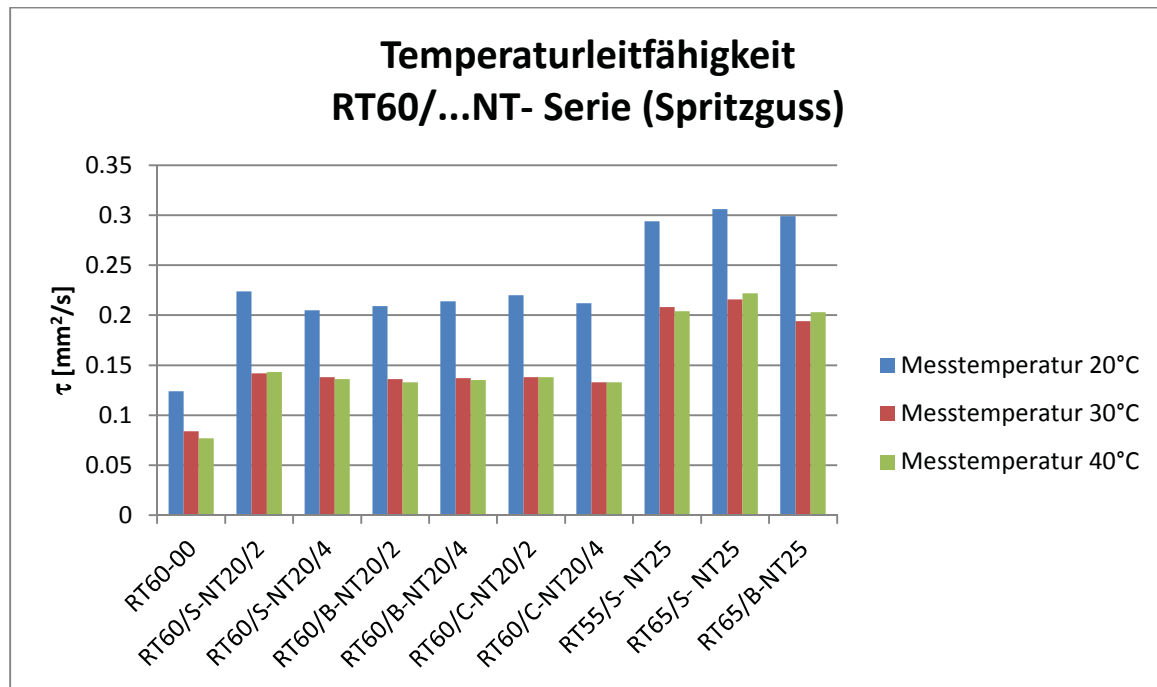


Abb.: Temperaturleitfähigkeiten RT60/...NT- Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (Spritzgussplatten)

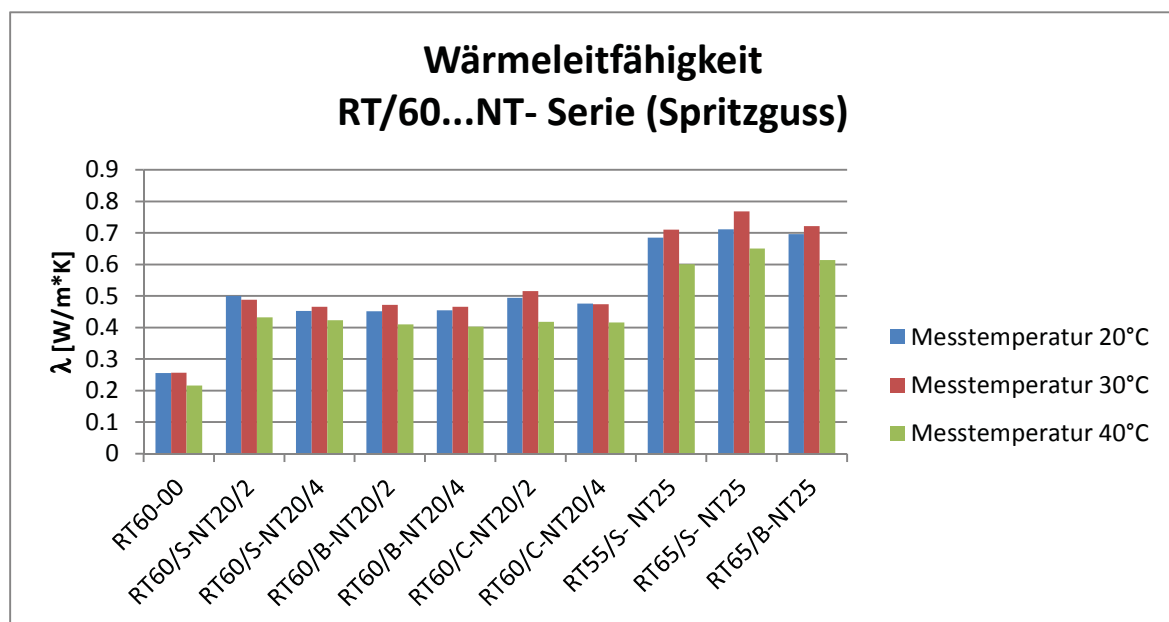


Abb.: Wärmeleitfähigkeiten der RT60/...NT-Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (Spritzgussplatten)

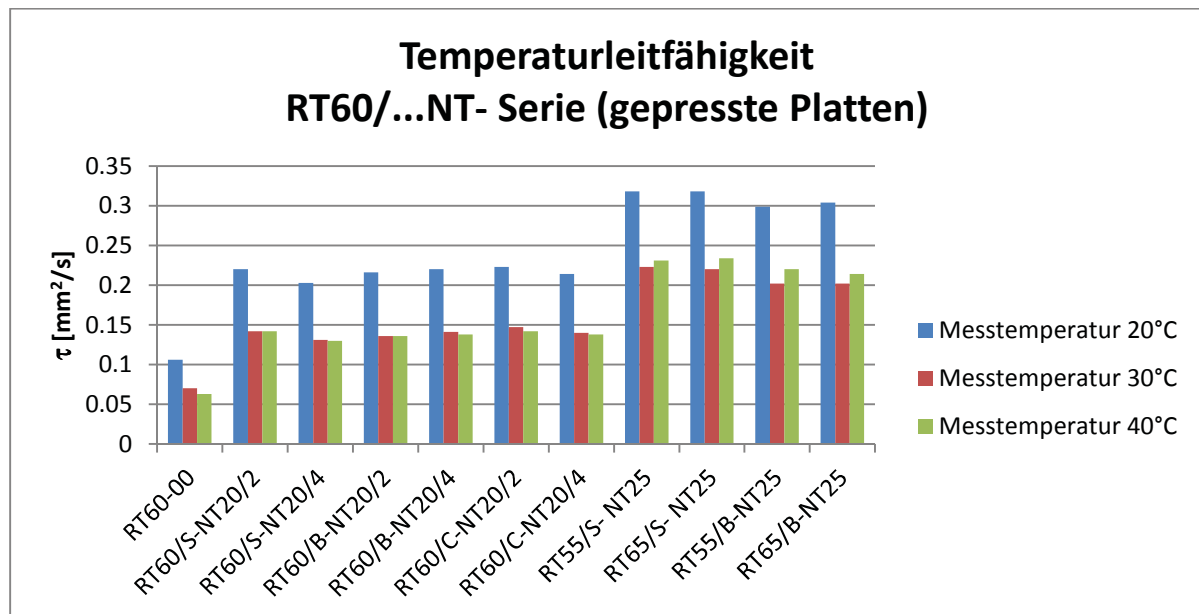


Abb.: Temperaturleitfähigkeiten RT60/...NT- Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (gepresste Platten)

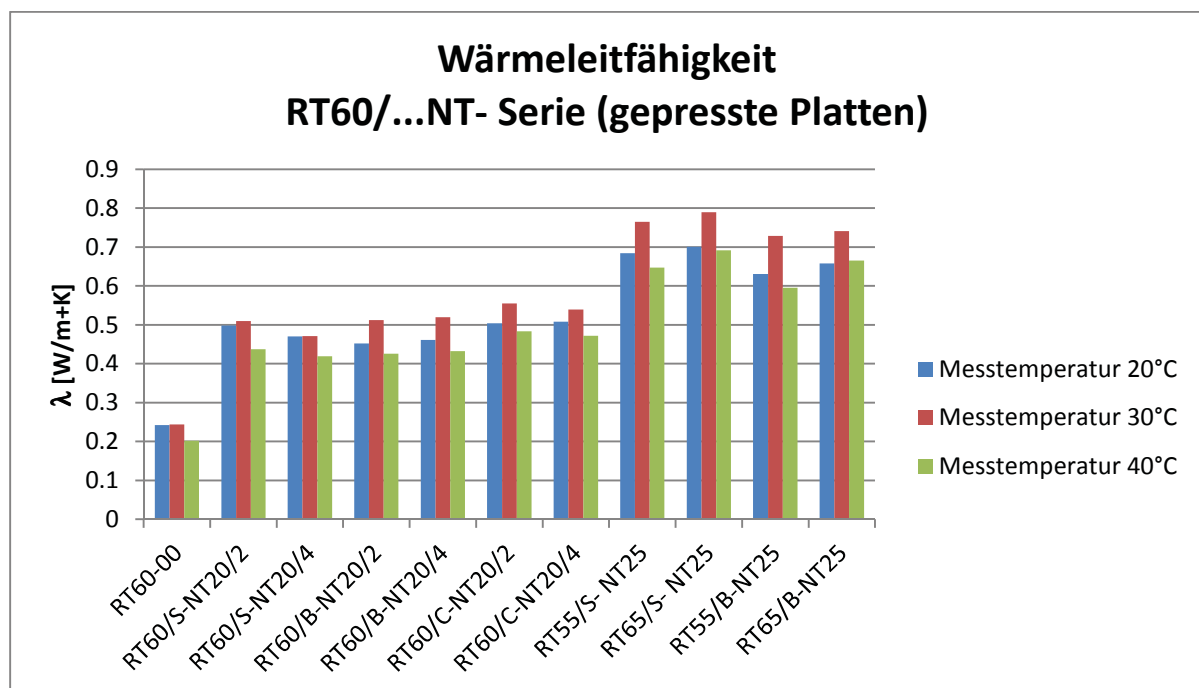


Abb.: Wärmeleitfähigkeiten der RT60/...NT-Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (gepresste Platten)

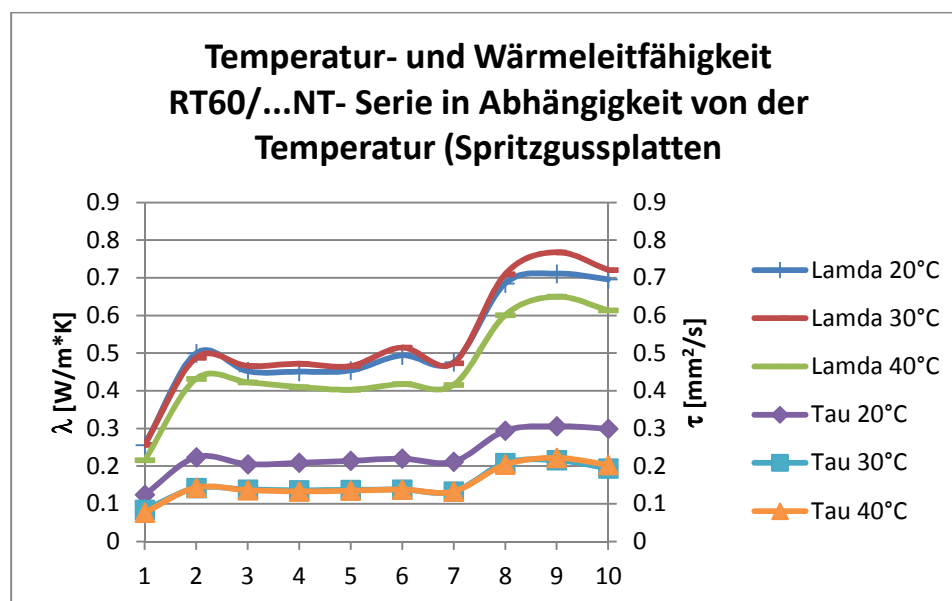
Die Wärmeleitfähigkeiten der PCM- Composites der RT60/...NT- Serie steigen mit der Konzentration der Carbonnanotubes an. An den mittels Pressverfahren

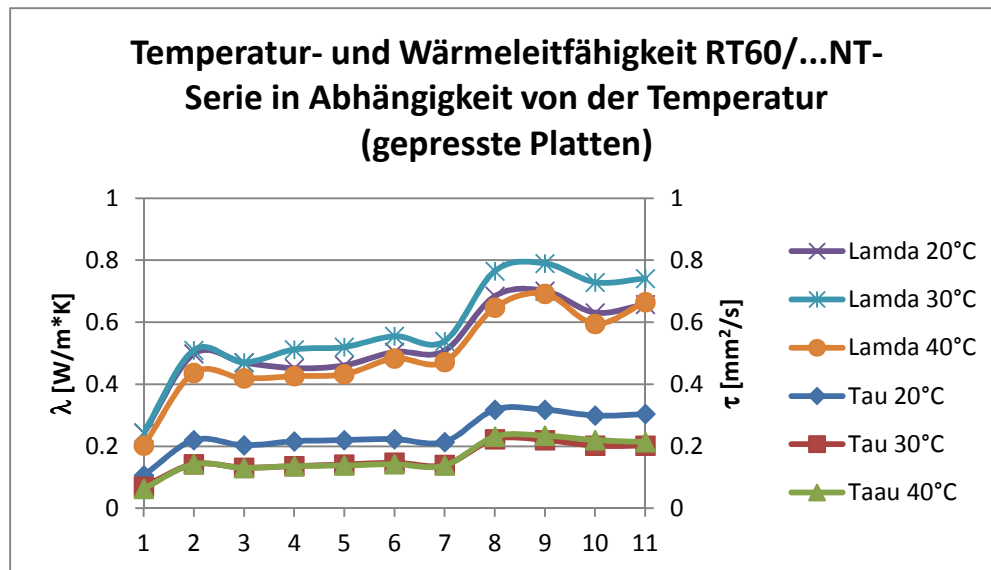
hergestellten Versuchsplatten sind die gemessenen Werte im Durchschnitt höher als an den Spritzgussplatten. Durch die zusätzliche Scherbeanspruchung beim Spritzgießen fällt die Wärmeleitfähigkeit der Compounds geringfügig ab. Die Carbonnanotubes können teilweise eingekürzt werden, d.h. das Aspektverhältnis wird verringert und das leitfähige Netzwerk wird teilweise unterbrochen. Bei einer Volumenkonzentration von 15,6Vol%( entspricht 25wt%) wurde an der Probe RT65/S- NT25 mit 0,79 W/m\*K die höchste Wärmeleitfähigkeit erzielt. Sie ist damit um ca.300% höher als die des ungefüllten Composites.

An Hand der Messungen bei den Temperaturen 20°C/30°C/40°C ist die Temperaturabhängigkeit der Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeit deutlich zu erkennen. Die Temperaturleitfähigkeiten sind bei 20°C am größten. An Hand der DSC- Thermogramme ist ein beginnender Phasenwechsel fest-flüssig bereits um 30°C sichtbar, was sich in einer Erhöhung des thermischen Widerstandes bzw. einer Reduzierung der Temperaturleitfähigkeit manifestiert.

Die Wärmeleitfähigkeiten zeigen einen unstetigen Verlauf und erreichen bei 30°C einen Maximalwert. Bei einer Messtemperatur von 40°C fällt die Wärmeleitfähigkeit wieder ab. Da die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  im Unterschied zur Temperaturleitfähigkeit  $\tau$  keine Messgröße ist, sondern über  $\tau$  mittels der gemessenen spezifischen Wärmen und Dichten, welche wiederum temperaturabhängig sind, ermittelt wird, sind diese unstetigen Kurvenverläufe von  $\lambda$  zu erklären.

Die nachfolgenden Graphen verdeutlichen diese Verläufe.





Anmerkung:

Tau ( $\tau$ ) Temperaturleitfähigkeit

Lamda ( $\lambda$ ) Wwärmeleitfähigkeit

Die Zahlen der x- Achse entsprechend den laufenden Versuchsnummern in den Tabellen.

#### 4.1.3.2. DSC- Messungen

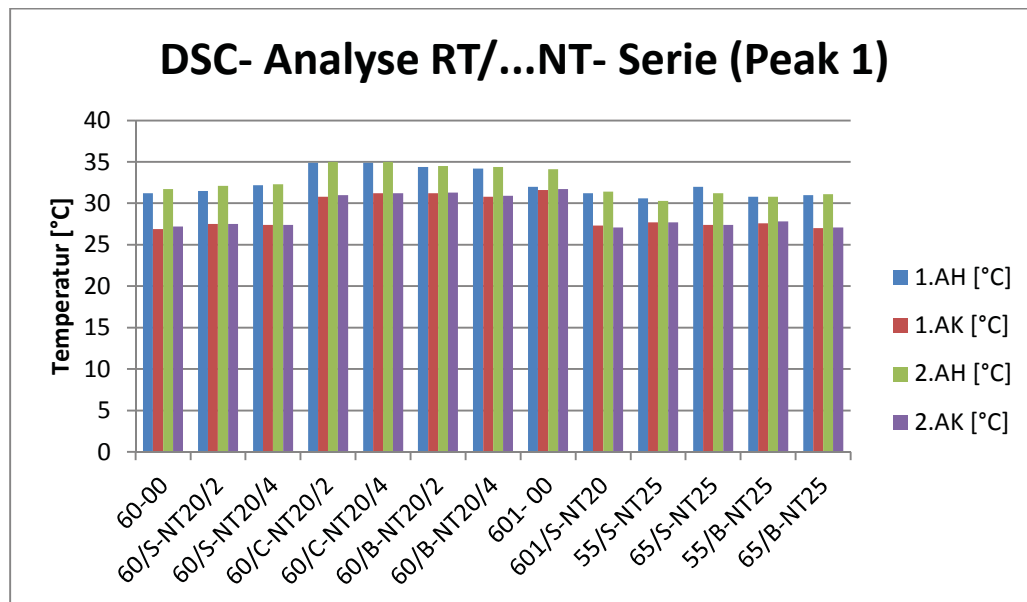
Mit diesen Untersuchungen wurde das thermische Verhalten der PCM- Verbunde untersucht. Neben der Bestimmung der Umwandlungsenthalpien wurden auch die Temperaturen der Schmelz- und Kristallisationspeaks bestimmt, die einen Rückschluss auf das Unterkühlungsverhalten des verwendeten PCM's zulassen.

Die nachfolgende Tabelle enthält die gemessenen Daten:



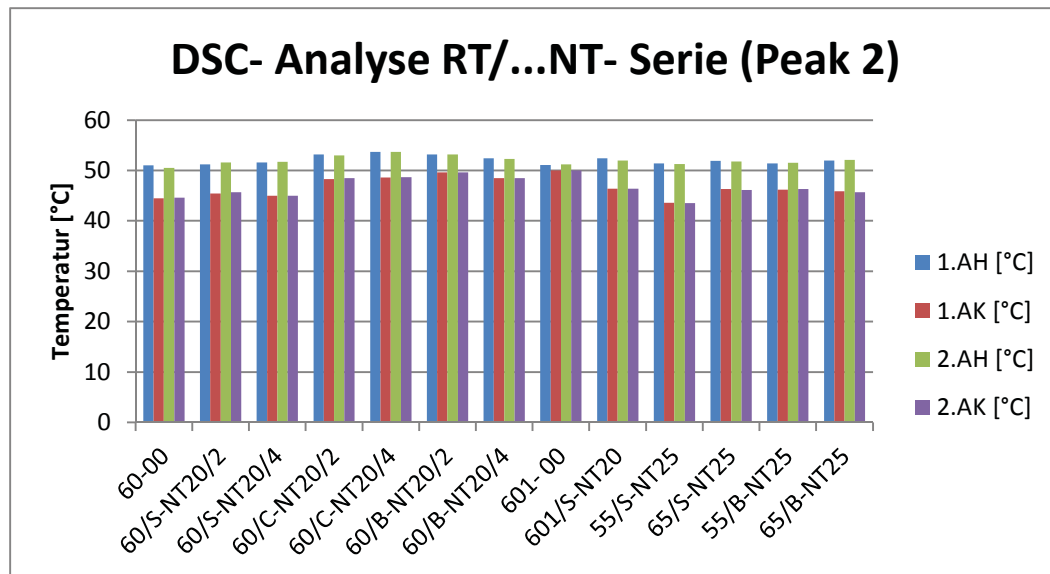
Vers.-Nr.	1.Lauf (Aufheizung)				1.Lauf (Abkühlung)				2.Lauf (Aufheizung)				2.Lauf (Abkühlung)			
	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
<b>RT60/ ... Serie</b>																
<b>60-00</b>	31.2	16.2	51.0	88.0	26.9	14.4	44.5	91.4	31.7	19.7	50.5	85.5	27.2	12.8	44.6	93.3
<b>60/S-NT20/2</b>	31.5	17.5	51.2	93.6	27.5	11.6	45.4	91.0	32.1	14.8	51.6	93.2	27.5	10.6	45.7	91.5
<b>60/S-NT20/4</b>	32.2	20.4	51.6	90.4	27.4	10.8	45.0	90.1	32.3	16.1	51.7	90.7	27.4	11.5	45.0	89.4
<b>60/B-NT20/2</b>	34.4	19.4	53.2	97.7	31.2	20.7	49.6	99.0	34.5	20.0	53.2	98.5	31.3	20.6	49.6	99.2
<b>60/B-NT20/4</b>	34.2	20.4	52.4	96.4	30.8	21.6	48.5	97.1	34.4	20.4	52.3	96.5	30.9	19.9	48.5	96.8
<b>60/C-NT20/2</b>	34.9	33.6	53.2	100.0	30.8	34.1	48.3	96.8	35.0	36.1	53.0	99.1	31.0	32.7	48.5	99.2
<b>60/C-NT20/4</b>	34.9	32.7	53.7	98.6	31.2	32.5	48.6	96.4	35.0	32.3	53.7	97.0	31.2	35.0	48.7	96.4
<b>55/S-NT25</b>	30.6	9.9	51.4	63.1	27.7	5.5	43.6	61.6	30.3	4.8	51.3	63.4	27.7	5.6	43.5	61.8
<b>65/S-NT25</b>	32.0	10.9	51.9	75.4	27.4	7.6	46.3	84.7	31.2	10.1	51.8	86.5	27.4	7.7	46.1	85.0
<b>55/B-NT25</b>	30.8	9.0	51.4	69.3	27.6	6.7	46.2	67.3	30.8	8.8	51.5	70.2	27.8	6.6	46.3	67.6
<b>65/B-NT25</b>	31.0	13.1	52.0	87.4	27.0	8.5	45.9	87.6	31.1	12.1	52.1	88.9	27.1	9.0	45.7	86.5
<b>RT601/ ... Serie</b>																
<b>601-00</b>	32.0	9.2	51.1	72.0	26.7	10.1	44.8	77.6	30.9	11.5	51.2	72.0	26.8	12.1	44.9	80.2
<b>601/S-NT20</b>	31.2	7.9	52.4	71.1	27.3	6.7	46.4	76.2	31.4	8.5	52.0	76.5	27.1	6.9	46.4	76.3

Die DSC- Messungen zeigen jeweils 2 Schmelzpeaks und 2 Kristallisationspeaks, da das Paraffinwachs Rubitherm RT52 aus einer Mischung von zwei Paraffinen unterschiedlicher Kettenlänge bzw. Verzweigung zusammengesetzt ist. Unter dem 1.Peak kann sich noch ein Peak für eine fest-fest Umwandlung des Kristallgitters des Paraffinwachses befinden. Die Unterschiede zwischen den Schmelzpeaks und den Kristallisationspeaks sind mit der unterschiedlichen thermischen Vorgeschichte der Composites sowie mit Unterkühlungseffekten bei der Phasenumwandlung Schmelze/Festkörper zu erklären. Die eingearbeiteten Additive bewirken auf Grund der verschiedenen Wärmeleitfähigkeiten sowie ihrer nukleierenden Wirkung unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten im Compound. Damit verändern sich der Kristallisationsgrad und möglicherweise auch die Kristallit-Größe, was sich am unterschiedlichen Schmelzverhalten im DSC zwischen der 1.Aufheizung und der Abkühlung beobachten lässt. Die gemessene Unterkühlung  $\Delta T$  ergab für die MWCNT-gefüllten Composites einen um ca. 2-3K geringeren Wert als die undotierte Probe. Die nachfolgenden Abbildungen zeigen das Temperaturverhalten beider Peaks jeweils nach 2 Läufen:

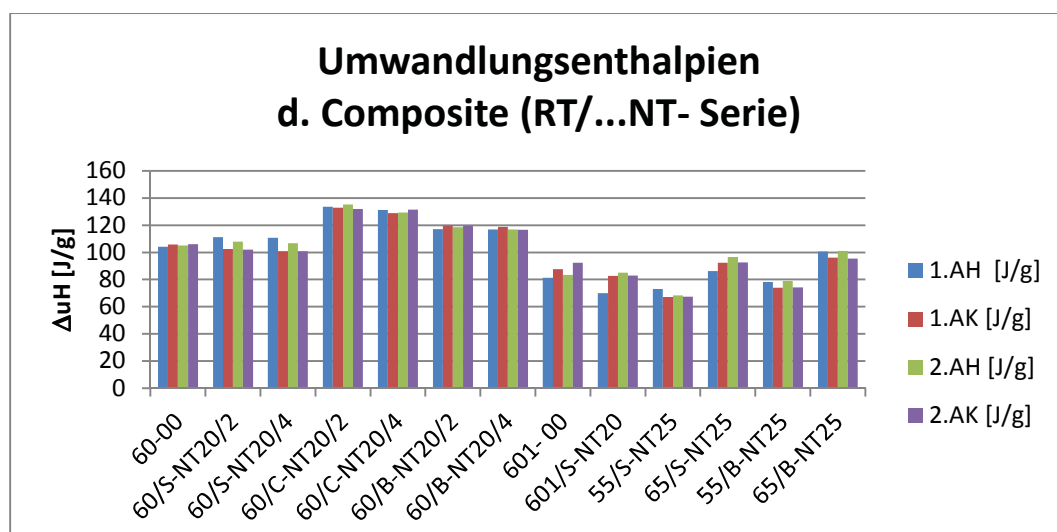


AH ... Aufheizung

AK ... Abkühlung



Die gemessenen Umwandlungsenthalpien  $\Delta_u H$  liegen zum Teil über oder auch unter den Erwartungswerten für die Composites. Das wird zum einen mit der von Rubitherm angegebenen Schwankungsbreite für das Paraffin RT 52 (173J/g  $\pm$  7.5%) und zum anderen mit der nicht optimalen Verteilung der Komponenten im Verbundsystem erklärt. Trotz der teilweise geringen Abweichungen von gemessener und vorausberechneter Dichte differieren die Enthalpiewerte stärker. Die DSC-Messung ist auf Grund der zu geringen Probenmengen zur Bestimmung der Umwandlungsenthalpien bei diesem Mehrkomponentensystem deshalb nur bedingt geeignet. Die nachfolgenden Graphen zeigen die Summe (Peak1 und Peak2) der Enthalpien der 1. und 2. Aufheizung, der 1. und 2. Abkühlung.



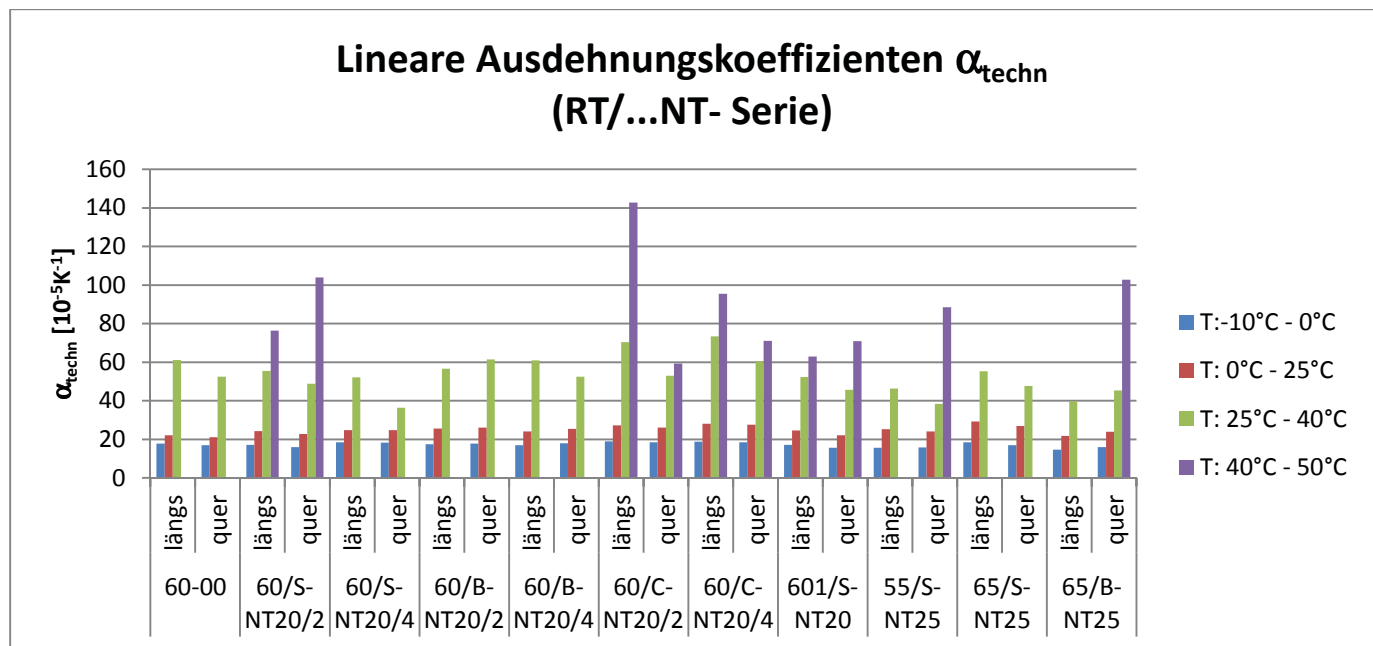
Eine höhere Scherung (Drehzahl Extruder, 400U/Min) während der Extrusion der Compounds RT60/..../4 erbrachte keine Verbesserung der Verteilung der Komponenten.

#### 4.1.3.3. Thermisch- mechanische Analyse

Diese Untersuchungen sollten einen Aufschluss über das Ausdehnungsverhalten der Verbundmaterialien bis zum Arbeitspunkt des PCM geben. Es wurde der Längenausdehnungskoeffizient  $\alpha_{\text{techn.}}$  in 2 Raumrichtungen bestimmt. Der Koeffizient  $\alpha_{\text{techn.}}$  wurde an gespritzten Prüfkörpern bestimmt. Die nachfolgende Tabelle enthält die Messergebnisse.

Vers.-Nr.	Richtung	Temp.- Bereich			
		-10 - 0°C	0 - 25°C	25 - 40°C	40 - 50°C
		[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]
<b>60-00</b>	längs	17.709	22.064	61.017	*
	quer	16.992	21.115	52.512	*
<b>60/S-NT20/2</b>	längs	17.048	24.168	55.534	76.374
	quer	15.911	22.729	48.788	103.874
<b>60/S-NT20/4</b>	längs	18.417	24.787	52.186	*
	quer	18.224	24.825	36.335	*
<b>55/S-NT25</b>	längs	15.544	25.183	46.345	*
	quer	15.808	24.135	38.392	88.532
<b>65/S-NT25</b>	längs	18.384	29.162	55.332	*
	quer	16.911	26.972	47.629	*
<b>60/B-NT20/2</b>	längs	17.455	25.654	56.615	*
	quer	17.722	26.13	61.458	*
<b>60/B-NT20/4</b>	längs	16.933	24.108	60.857	*
	quer	17.925	25.411	52.525	*
<b>65/B-NT25</b>	längs	14.589	21.729	39.722	*
	quer	15.906	23.853	45.299	102.700
<b>60/C-NT20/2</b>	längs	18.930	27.297	70.424	142.775
	quer	18.417	26.116	53.011	59.236
<b>60/C-NT20/4</b>	längs	18.696	28.007	73.31	95.517
	quer	18.449	27.500	60.439	71.084
<b>601/S-NT20</b>	längs	17.108	24.576	52.381	62.926
	quer	15.592	22.042	45.645	70.955
					(bis 60°C)

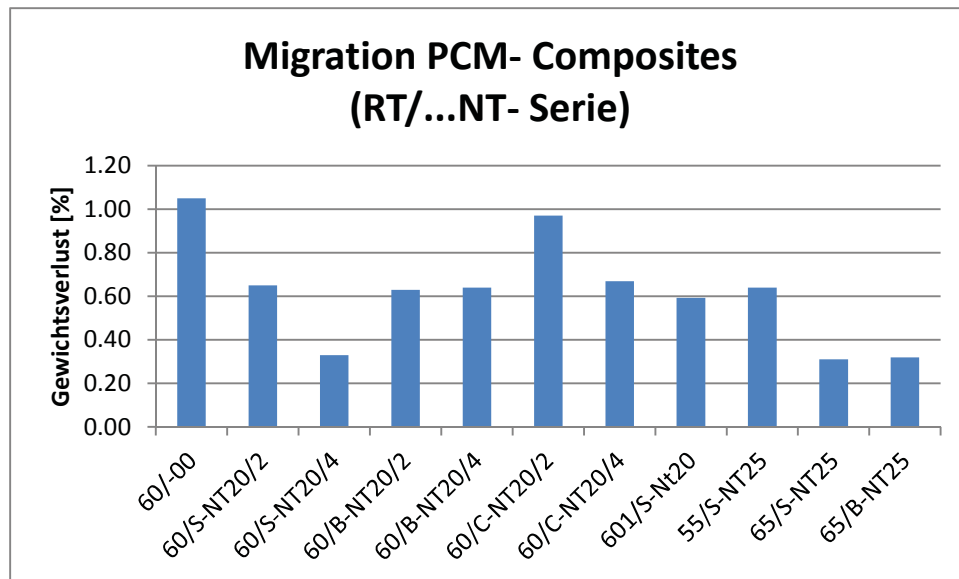
\* kein sinnfälliges Messergebnis, Proben verbiegen sich während der Messung



Bis zu einer Temperatur von 25°C ist ein stetiger geringer Anstieg der linearen Ausdehnungskoeffizienten bei allen Versuchseinstellungen zu verzeichnen. Im Temperaturbereich bis 40°C steigen die  $\alpha$ -Werte steil an, was auf eine beginnende Erweichung bzw. Schmelzen des Paraffins hinweist. Ein weiterer Anstieg wird bei Temperaturen über 40°C beobachtet. In diesem Temperaturbereich verformten sich die Probekörper bereits und es wurden deshalb keine sinnfälligen Ergebnisse erhalten. Die Werte wurden nicht in der Grafik dargestellt.

#### 4.1.3.4. Migrationsverhalten

Das Migrations- bzw. Ausschwitzverhalten wurde an Hand des Gewichtsverlustes nach 28 Stunden Lagerung von gespritzten Isonormstäben ermittelt. Die Lagertemperatur betrug einheitlich 90°C. In der folgenden Grafik sind die prozentualen Gewichtsverluste dargestellt.



Die mit Carbonnanotubes gefüllten Composites zeigen ein besseres Ausschwitzverhalten als die unadditivierte Probe RT/60- 00. Infolge des Auftretens von hohem Druck bei der Extrusion und beim Spritzguss der PCM- Compounds wird flüssiges Paraffin in die Hohlräume der Nanoröhren gedrückt. Im Arbeitsbereich des migriert das Paraffin dann aus dem PCM- Verbundmaterial sehr viel langsamer als aus der Nullprobe. Visuelle bzw. Berührungstests bestätigten dieses Ergebnis.

#### **4.1.3.5. REM- Untersuchungen**

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die an der Fa. UP Transfer Potsdam aufgenommenen rasterelektronische Aufnahmen der ungefüllten Probe und der mit Carbonnanotubes gefüllten PCM- Composites. Die Untersuchungen wurden an den gepressten Platten durchgeführt.



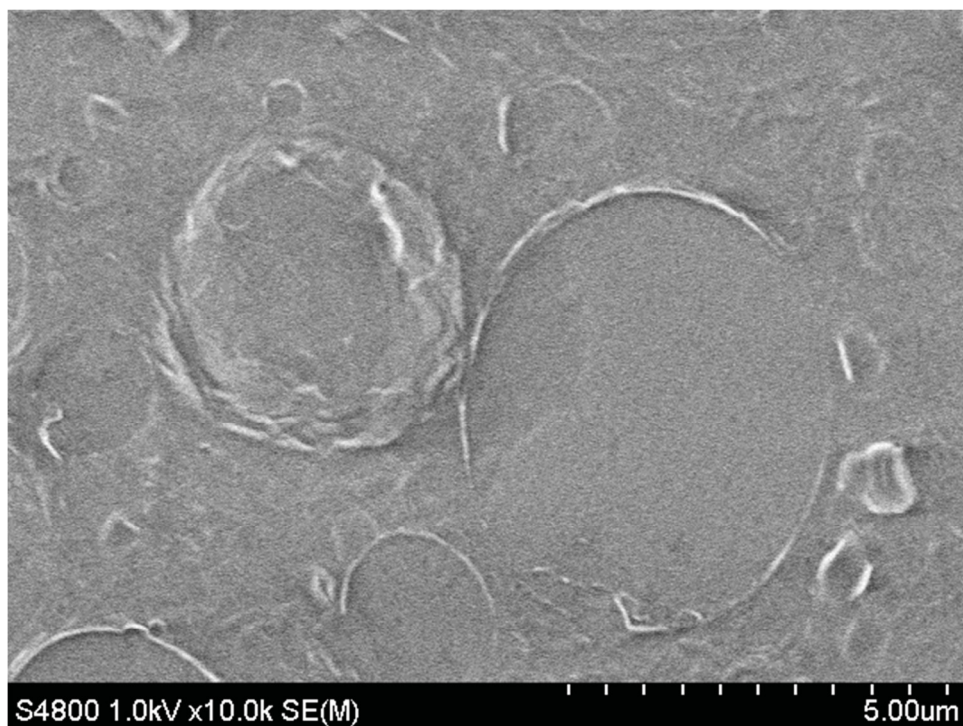


Abb.: RT60- 00 (60wt% Paraffin, 30wt% PMMA, 10wt%Septon 4055)

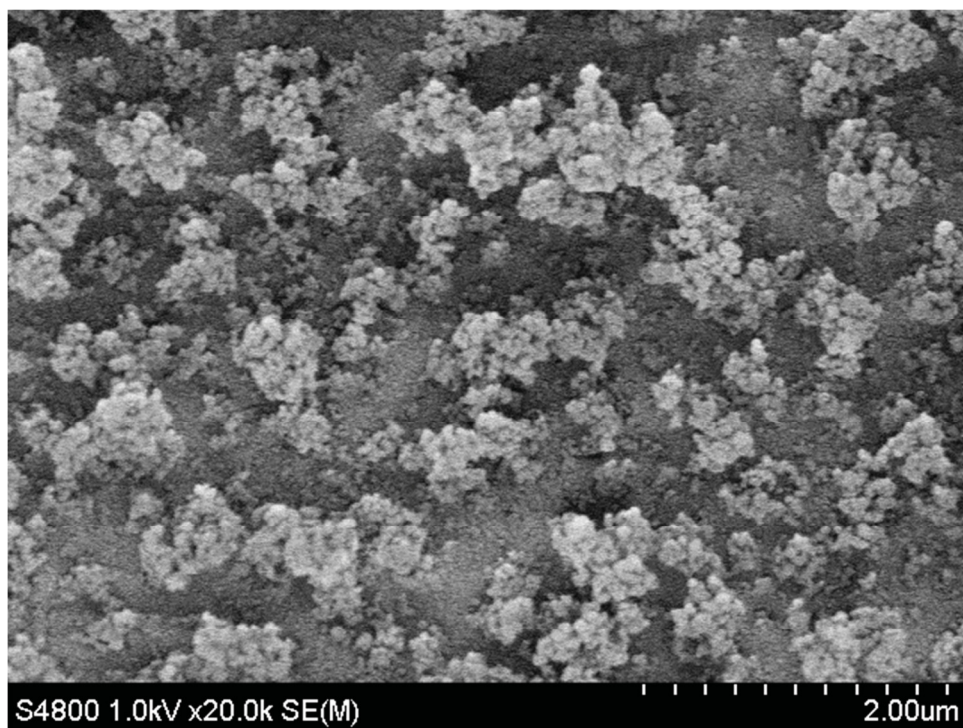


Abb.: RT60/S- NT20/2

(60wt% Paraffin, 10wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 20wt% MWCNT; 200 U/Min)

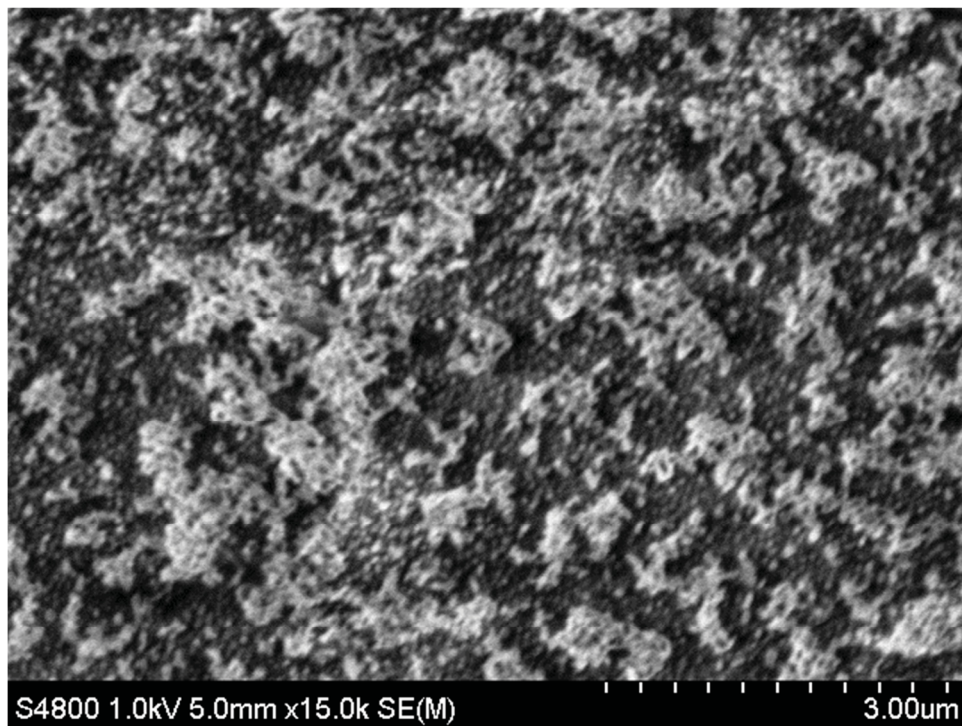


Abb.: RT60/S- NT20/4

(60wt% Paraffin, 10wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 20wt% MWCNT; 400 U/Min)

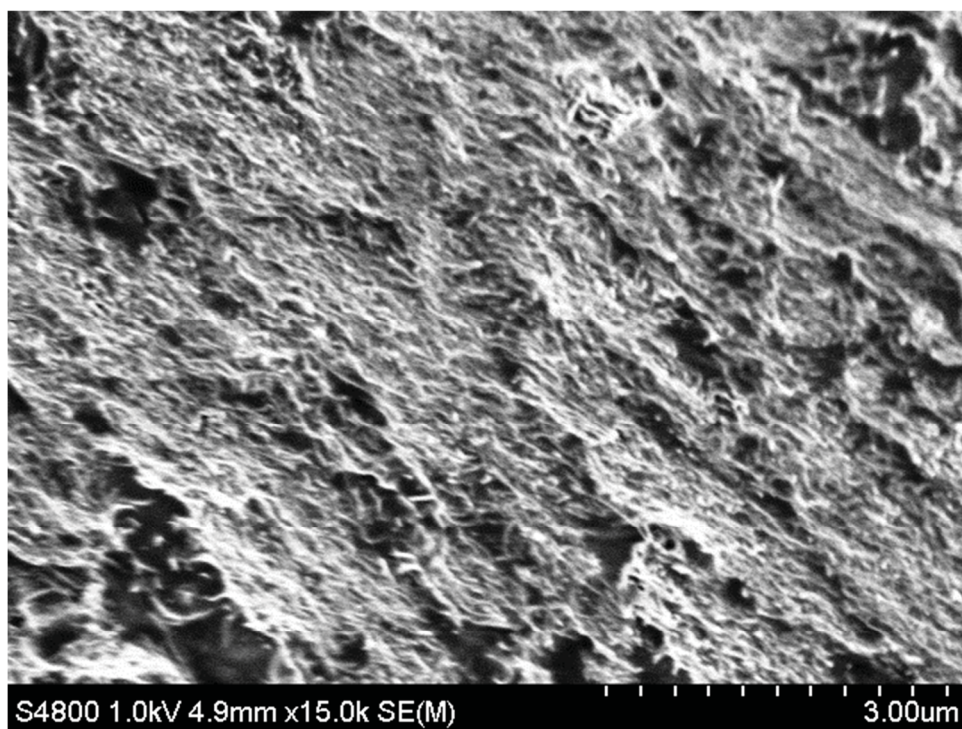


Abb.: RT60/B- NT20/2

(60wt% Paraffin, 5wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 5wt% CBT100, 20wt% MWCNT; 200 U/Min)



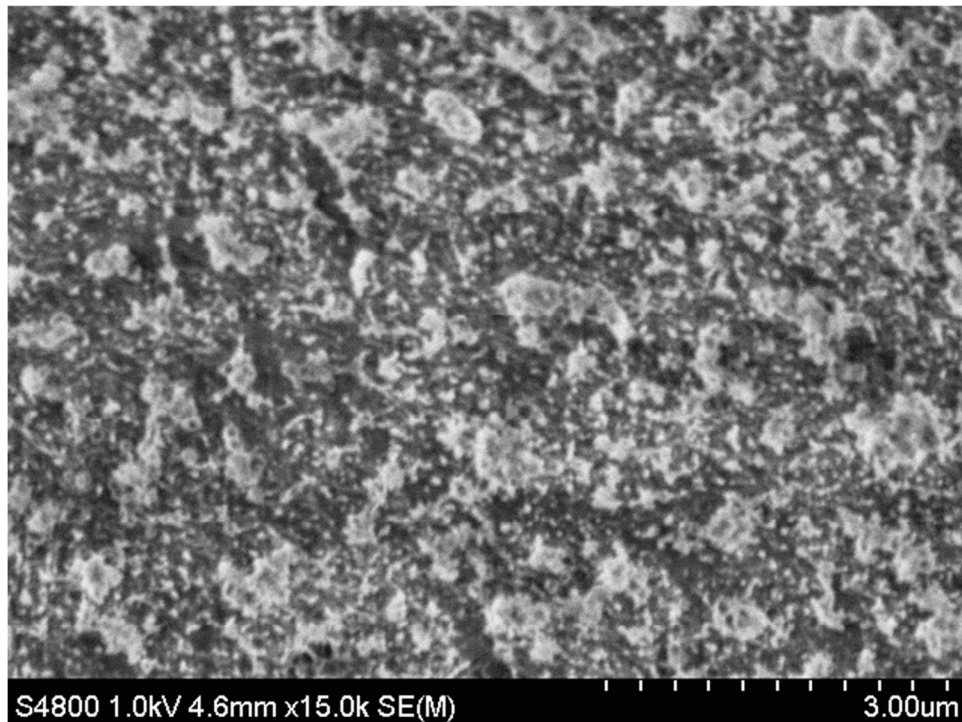


Abb.: RT60/C- NT20

(60wt% Paraffin, 5wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 5wt% Ceridust, 20wt% MWCNT; 200 U/Min)

An den Versuchen RT60/S- NT20/2 und RT60/S- NT20/4 sind die typischen Verknäulungen der MWCNT zu erkennen. Vereinzeln der Nanotubes sind auf den REM- Bildern trotz der höheren Scherung beim Versuch RT60/S- NT20/4 nicht erkennbar. An der Probe RT60/B- NT20/2 können einzelne MWCNT- Stränge ausgemacht werden und die Verteilung erscheint gleichmäßiger. An der Probe RT60/C- NT20 sind Knäule sowie auch einzelne Stränge sichtbar. Die gemessenen Wärmeleitfähigkeiten an den MWCNT- gefüllten Proben unterscheiden sich nur marginal.

## 4.2. Untersuchung des Verbundsystems Paraffin- Bornitrid- Polymer

### 4.2.1. Rezepturen

Vers.-Nr.	RT52 [wt%]	PMMA [wt%]	PE-LD [wt%]	Septon [wt%]	CBT100 [wt%]	Ceridust [wt%]	Bornitrid [wt%]
<i>RT60- Serie</i>							
<b>RT60/S- BN20</b>	60	10	-	10	-	-	20

<b>RT60/S-BN30</b>	60	5	-	5	-	-	30
<b>RT60/S-BN40</b>	50	5	-	5	-	-	40
<b>RT60/B-BN20</b>	60	5	-	10	5	-	20
<b>RT60/B-BN30</b>	60	-	-	5	5	-	30
<b>RT60/B-BN40</b>	50	-	-	5	5	-	40
<b>RT60/C-BN20</b>	60	5	-	10	-	5	20
<b>RT60/C-BN30</b>	60	-	-	5	-	5	30
<b>RT60/C-BN40</b>	50	-	-	5	-	5	40
<b>RT601- Serie</b>							
<b>RT601/S-BN20</b>	60	-	10	10	-	-	20
<b>RT601/S-BN30</b>	60	-	5	-	5	-	30
<b>RT601/S-BN40</b>	50	-	5	-	5	-	40
<b>RT601/B-BN20</b>	60	-	10	-	10	-	20
<b>RT601/B-BN30</b>	60	-	5	-	5	-	30
<b>RT601/B-BN40</b>	50	-	5	-	5	-	40
<b>RT601/C-BN20</b>	60	-	10	-	-	10	20
<b>RT601/C-BN30</b>	60	-	5	-	-	5	30

RT601/C- BN40	50	-	5	-	-	5	40
------------------	----	---	---	---	---	---	----

#### 4.2.2. Versuchsbedingungen

##### 4.2.2.1. Extrusion/Granulierung

Extruder	
Dosierort	alle Materialien: Einzugszone
Drehzahl	200 bzw. 400 U/Min
Durchsatz	25 kg/h
Unterwassergranulator	
Anzahl Messer	4
Düsenlöcher	6
Drehzahl	3000 U/Min
Temperatur Düsenplatte	200 °C
Wassertemperatur	25 °C

##### Temperaturregime Extruder

Zone	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Schmelze
Ist [°C]	65	95	200	265	260	260	260	276	235	160	150	160	150

##### 4.2.2.2. Spritzgussversuche

Im Rahmen dieser Versuche sollten für die unterschiedlichen Rezepturvarianten optimale Spritzgussbedingungen gefunden werden. Die Versuchsgranulate wurden zu Platten unterschiedlicher Größe und Stärke verspritzt. Die erforderlichen normgerechten Prüfkörper wurden aus den Platten herausgesägt bzw. herausgefräst. In den nachfolgenden Abbildungen sind die Spritzparameter dargestellt:



47

Userpage 12:54:01 15.11.2011

### RT60/B- BN20 (60x60x2mm)

Temperaturprofil:					
	Düse	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Einzug
Soll C	200	195	190	190	30

Kühlzeit: 50,00 s

Werkzeugtemperatur: 30 C

Dosieren:		
v [mm/s]	250	250
V [ccm]	0,0	125,0
p [bar]	40	40

Trocknung:

Schneckendurchmesser: 40 mm

Volumen A	125,0
Restvolumen A	21,6
Umschaltpunkt A	80,0
Füllzeit	2,11
Volumen B	0,01
Restvolumen B	0,00
Umschaltpunkt B	0,00
Füllzeit	0,00
Zykluszeit	62,96

Einspritzgeschwindigkeiten:

Q [ccm/s]	5,0	25,0	25,0	25,0
V [ccm]	0,0	8,0	12,0	

Einspritzdruck Spitzenwert: 131

Nachdruck:

p [bar]	100	115	115
t [s]	50,00	49,50	0,00

Zyl. B Soll C 220 210 190

Allgemein USP1: ?????????????\* USP2: ?????????????\* USP3: ?????????????

M E N Ü

Userpage 14:35:29 15.11.2011

### RT60/C- BN20 (60x60x2mm)

Temperaturprofil:					
	Düse	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Einzug
Soll C	200	195	190	170	30

Kühlzeit: 25,00 s

Werkzeugtemperatur: 30 C

Dosieren:		
v [mm/s]	250	250
V [ccm]	0,0	60,0
p [bar]	40	40

Trocknung:

Schneckendurchmesser: 40 mm

Volumen A	60,0
Restvolumen A	5,1
Umschaltpunkt A	42,0
Füllzeit	0,30
Volumen B	61,00
Restvolumen B	0,00
Umschaltpunkt B	6,00
Füllzeit	0,00
Zykluszeit	54,64

Einspritzgeschwindigkeiten:

Q [ccm/s]	5,0	100,0	100,0	100,0
V [ccm]	0,0	8,0	12,0	

Einspritzdruck Spitzenwert: 319

Nachdruck:

p [bar]	110	110	110
t [s]	30,00	29,50	0,00

Zyl. B Soll C 220 210 190

Allgemein USP1: ?????????????\* USP2: ?????????????\* USP3: ?????????????

M E N Ü





Userpage 14:23:06 29.03.2012

### RT60/C- BN30 und RT60/C- BN40 (Platten: 60x60x2mm)

<b>Temperaturprofil:</b> Soll C   Düse   Zone 1   Zone 2   Zone 3   Einzug 190   180   170   160   30					Kühlzeit: 50,00 s Werkzeugtemperatur: 30C				
<b>Dosieren:</b> v [mm/s]   250   250 V [ccm]   0,0   60,0 p [bar]   30   30					<b>Trocknung:</b>				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> Q [ccm/s]   5,0   25,0   25,0   25,0 V [ccm]   0,0   8,0   12,0					Volumen A 60,0 Restvolumen A 36,0 Umschaltpunkt A 45,0 Füllzeit 0,92 Volumen B 0,01 Restvolumen B 0,00 Umschaltpunkt B 0,00 Füllzeit 0,00 Zykluszeit 35,70 Zyl. B Soll C   0   0   0   0				
Einspritzdruck Spitzenwert 107									
<b>Nachdruck:</b> p [bar]   10   50   50 t [s]   15,00   14,50   0,00									

Allgemein   USP1: ??????????????   USP2: ??????????????   USP3: ??????????????

M E N Ü  

Userpage 10:52:10 10.01.2013

### RT/601 – BN – Serie (Platten: 60x60x2mm)

<b>Temperaturprofil:</b> Soll C   Düse   Zone 1   Zone 2   Zone 3   Einzug 180   175   170   160   30					Kühlzeit: 30,00 s Werkzeugtemperatur: 40 C				
<b>Dosieren:</b> v [mm/s]   150   150 V [ccm]   0,0   28,0 p [bar]   40   40					<b>Trocknung:</b> -				
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b> Q [ccm/s]   5,0   5,0   5,0   5,0 V [ccm]   0,0   5,0   10,0					Volumen A 28,0 Restvolumen A 1,9 Umschaltpunkt A 8,0 Füllzeit 5,50 Volumen B 0,01 Restvolumen B 0,00 Umschaltpunkt B 0,00 Füllzeit 0,00 Zykluszeit 51,10 Zyl. B Soll C   220   210   200   190				
Einspritzdruck Spitzenwert 181									
<b>Nachdruck:</b> p [bar]   80   140   140 t [s]   30,00   29,50   0,00									

Allgemein   USP1: \*   USP2: ??????????????   USP3: ??????????????

M E N Ü

Userpage 09:53:20 10.01.2013

RT/601- BN – Serie (Platten: 80x80x4mm)

Temperaturprofil:					Kühlzeit:	50,00 s
Soll	C	Düse	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Einzug
		180	175	170	160	30
Dosieren:					Werkzeugtemperatur: 40 C	
v [mm/s]		150	150		Trocknung: -	
V [ccm]		0,0	54,0		Volumen A 54,0	
p [bar]		40	40		Restvolumen A 3,2	
Einspritzgeschwindigkeiten:					Umschaltpunkt A 12,0	
Q [ccm/s]		5,0	5,0	5,0	Füllzeit	10,02
V [ccm]		0,0	5,0	10,0	Volumen B	0,01
Einspritzdruck					Restvolumen B 0,00	
Spitzenwert					Umschaltpunkt B 0,00	
Nachdruck:					Füllzeit 0,00	
p [bar]		100	190	190	Zykluszeit	108,92
t [s]		30,00	29,50	0,00	Zyl. B Soll C	220 210 200 190

Stückzahl: 7928  
Rest: -7886  
Zykluszeiten: 195,70s  
Temperatur: Öl 40°C, Schrank 34°C  
A: 61,2 ccm  
B: 3,75 ccm

Allgemein USP1: \* USP2: ?????????????? USP3: ??????????????

Anmerkung:

Folgende Rezepturen konnten nicht verspritzt werden (Verformungen, Material fließt zu stark):

RT601/B- BN30; ...BN40;

RT601/C- BN20; ...BN30; ...BN40

#### 4.2.2.3. Pressen von Formkörpern

Um den Einfluss der zweimaligen Dispergierung und Scherung beim Spritzguss auf die Wärmeleitfähigkeit der Composites zu untersuchen, wurden mittels Pressverfahren entsprechende Prüfkörper hergestellt und ausgeprüft. Die folgende Tabelle enthält die Pressparameter:

Presstemperatur	120 °C
Presszeit	5 Min.
Kühlen/Entformen	< 30 °C

#### 4.2.2.4. Masterbatch- Route

Es wurden 50wt%ige Masterbatches mit 2 Rezepturvarianten auf dem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder ZSK 25 WLE (Fa. Coperion) hergestellt.

##### Rezepturen und Versuchsparameter

Vers.-Nr.	CBT 100 [wt%]	Ceridust [wt%]	Bornitrid [wt%]	Dosierung	Drehzahl [U/Min]	Durchsatz [kg/h]
<b>MB- B- BN50</b>	50	-	50	Einzug	400	10
<b>MB- C- BN50</b>	-	50	50	Einzug	400	10

Schneckenkonfig.: Universalschnecke

Temperaturregime Extruder:

Einzug: 80 °C, Z2.....Z7: ~150..170 °C; Z8/9: ~130 °C, Düse: 130 °C

Mittels der Masterbatches wurden 20wt%ige und 30wt%ige PCM- Composites auf dem Doppelschneckenextruder ZSE 40 L52 der Fa. Leistritz hergestellt. Die folgende Tabelle enthält die Rezepturen und die Versuchsparameter.

Vers.-Nr.	PK 52*	MB-B- BN50	MB-C- BN50	Durchsatz [kg/h]	Drehzahl [rpm]	Dosierung
<b>RT60/S1- BN20</b>	60	40	-	5	400	Einzug
<b>RT60/S1- BN30</b>	40	60	-	5	400	Einzug
<b>RT60/S2- BN20</b>	60	-	40	5	400	Einzug
<b>RT60/S2- BN30</b>	40	-	60	5	400	Einzug

\* PK52: RT52: 70wt%; PMMA: 15wt%; Septon 4055: 15wt%

Temperaturregime Extruder

Zone	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Schmelze
<b>Ist [°C]</b>	65	95	200	265	260	260	260	276	235	160	150	160	150



### 4.2.3. Versuchsergebnisse und Auswertung

#### 4.2.3.1. Wärmeleitfähigkeit

In der nachfolgenden Tabelle sind die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten der gespritzten und gepressten PCM- Composites bei den Temperaturen 20 °C/30 °C/40 °C dargestellt.

##### a) Gespritzte Platten

Vers.-Nr.	Temperaturleitfähigkeit [mm <sup>2</sup> /s]			Wärmeleitfähigkeit [W/m*K]		
	20 °C	30 °C	40 °C	20 °C	30 °C	40 °C
<b>RT 60 - Serie</b>						
<b>RT60-00</b>	0.124	0.084	0.077	0.256	0.257	0.216
<b>RT60/S-BN20/2</b>	0.214	0.138	0.113	0.470	0.472	0.376
<b>RT60/S-BN20/4</b>	0.212	0.136	0.112	0.472	0.458	0.376
<b>RT60/S-BN30</b>	0.338	0.213	0.182	0.725	0.915	0.582
<b>RT60/S-BN40</b>	0.509	0.307	0.315	1.144	1.296	0.959
<b>RT60/B-BN20/2</b>	0.218	0.139	0.120	0.454	0.436	0.368
<b>RT60/B-BN20/4</b>	0.214	0.137	0.127	0.497	0.477	0.415
<b>RT60/B-BN30</b>	0.327	0.187	0.197	0.783	0.888	0.624
<b>RT60/B-BN40</b>	0.439	0.260	0.269	1.037	1.182	0.844
<b>RT60/C-BN20/2</b>	0.176	0.110	0.106	0.408	0.378	0.340
<b>RT60/C-BN20/4</b>	0.347	0.208	0.198	0.799	0.850	0.657
<b>RT60/C-BN30</b>	0.314	0.193	0.182	0.678	0.700	0.576
<b>RT60/C-BN40</b>	0.400	0.242	0.239	0.985	1.090	0.826
<b>RT60- MB- Serie</b>						
<b>60/S1-BN20</b>	0.199	0.132	0.127	0.427	0.428	0.386
<b>60/S1-BN30</b>	0.264	0.188	0.180	0.600	0.602	0.554
<b>60/S2-BN20</b>	0.268	0.186	0.168	0.566	0.598	0.520
<b>60/S2-BN30</b>	0.398	0.309	0.260	0.924	0.942	0.841

<b>RT 601- Serie</b>						
<b>RT601- 00</b>	0.131	0.082	0.076	0.296	0.316	0.269
<b>RT601/S- BN20</b>	0.206	0.122	0.118	0.441	0.480	0.374
<b>RT601/S- BN30</b>	0.284	0.169	0.172	0.679	0.736	0.564
<b>RT601/S- BN40</b>	0.437	0.258	0.260	0.98	1.139	0.814
<b>RT601/B- BN20 *</b>	-	-	-	-	-	-
<b>RT601/B- BN30 *</b>	-	-	-	-	-	-
<b>RT601/B- BN40 *</b>	-	-	-	-	-	-
<b>RT601/C- BN20 *</b>	-	-	-	-	-	-
<b>RT601/C- BN30 *</b>	-	-	-	-	-	-
<b>RT601/C- BN40 *</b>	-	-	-	-	-	-

\* Material konnte nicht verspritzt werden (starke Verformung der Prüfkörper)

*b) Gepresste Platten*

<b>Vers.-Nr.</b>	<b>Temperaturleitfähigkeit [mm<sup>2</sup>/s]</b>			<b>Wärmeleitfähigkeit [W/m*K]</b>		
	<b>20 °C</b>	<b>30 °C</b>	<b>40 °C</b>	<b>20 °C</b>	<b>30 °C</b>	<b>40 °C</b>
<b>RT 60 - Serie</b>						
<b>RT60-00</b>	0.106	0.070	0.063	0.242	0.244	0.202
<b>RT60/S- BN20/2</b>	0.254	0.152	0.122	0.534	0.523	0.390
<b>RT60/S- BN20/4</b>	0.210	0.130	0.119	0.456	0.448	0.394
<b>RT60/S- BN30</b>	0.300	0.182	0.159	0.586	0.725	0.482
<b>RT60/S- BN40</b>	0.668	0.409	0.372	1.431	1.645	1.045

<b>RT60/B- BN20/2</b>	0.244	0.159	0.127	0.538	0.548	0.426
<b>RT60/B- BN20/4</b>	0.256	0.163	0.143	0.552	0.566	0.470
<b>RT60/B- BN30</b>	0.421	0.247	0.242	0,898	1,147	0,732
<b>RT60/B- BN40</b>	0,602	0,363	0,354	1.261	1.517	1.031
<b>RT60/C- BN20/2</b>	0.221	0.138	0.127	0.502	0.508	0.432
<b>RT60/C- BN20/4</b>	0.310	0.198	0.180	0.660	0.664	0.570
<b>RT60/C- BN30</b>	0.272	0.154	0.156	0.599	0.731	0.504
<b>RT60/C- BN40</b>	0.547	0.331	0.314	1.235	1.402	1.027
<b><i>RT 601 - Serie</i></b>						
<b>RT601- 00</b>	0.129	0.082	0.081	0.290	0.295	0.270
<b>RT601/S- BN20</b>	0.276	0.157	0.153	0.552	0.616	0.464
<b>RT601/S- BN30</b>	0.696	0.422	0.402	1.436	1.763	1.154
<b>RT601/S- BN40</b>	0.746	0.456	0.434	1.404	1.728	1.144
<b>RT601/B- BN20</b>	0.449	0.284	0.277	0.938	1.128	0.768
<b>RT601/B- BN30</b>	0.741	0.490	0.469	1.498	1.872	1.222
<b>RT601/B- BN40</b>	1.010	0.671	0.618	1.876	2.283	1.474
<b>RT601/C- BN20</b>	0.696	0.462	0.437	1.321	1.582	1.076
<b>RT601/C- BN30</b>	0.979	0.634	0.596	1.718	2.161	1.350
<b>RT601/C- BN40</b>	1.080	0.706	0.653	2.054	2.538	1.607
<b><i>RT60- MB- Serie</i></b>						
<b>60/S1- BN20</b>	0.288	0.204	0.182	0.567	0.570	0.498
<b>60/S1-</b>	0.464	0.347	0.320	0.876	0.877	0.800

<b>BN30</b>						
<b>60/S2-BN20</b>	0.275	0.192	0.168	0.581	0.598	0.534
<b>60/S2-BN30</b>	0.603	0.4675	0.390	1.301	1.366	1.212

Anmerkungen zu den Tabellen:

- Messung der Proben in x- Richtung
- .../2 : Drehzahl Extruder: 200 U/Min.
- .../4 : Drehzahl Extruder: 400 U/Min.

Die nachfolgenden Graphen zeigen die Korrelationen zwischen der Wärmeleitfähigkeit der PCM- Composites und Scherung im Extruder, der Verformung der Granulate (Spritzguss, Pressen) und der Konzentration von Bornitrid.

#### RT60/... BN- Serie

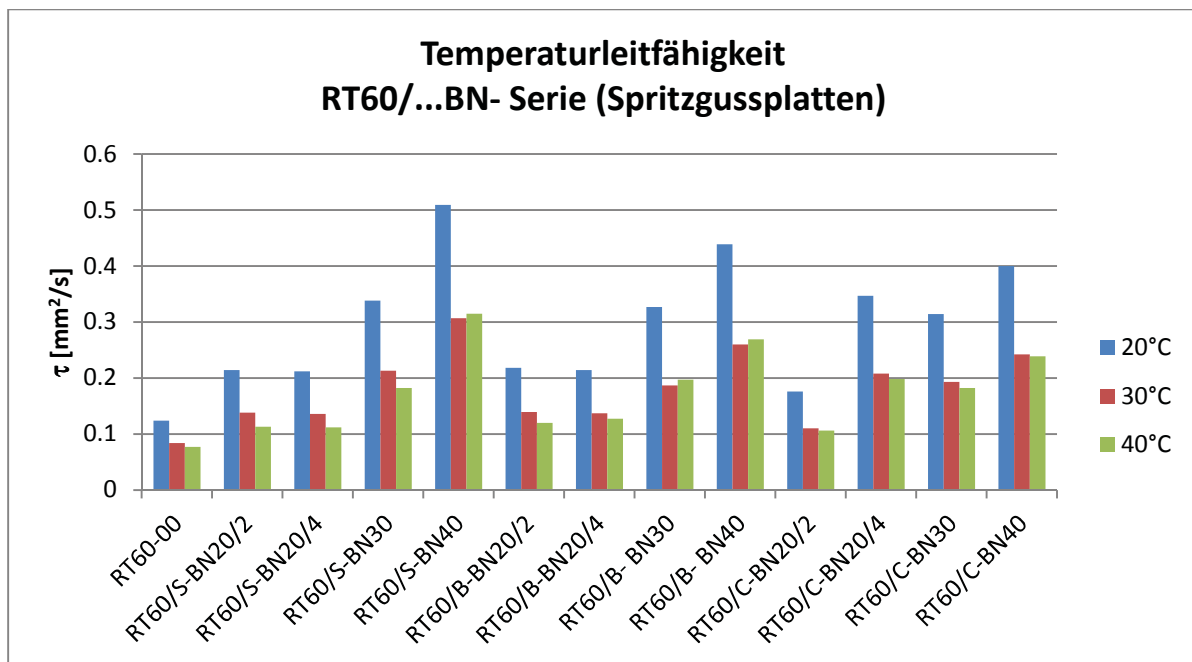


Abb.:TemperaturleitfähigkeitenRT60/...BN- Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (Spritzgussplatten)

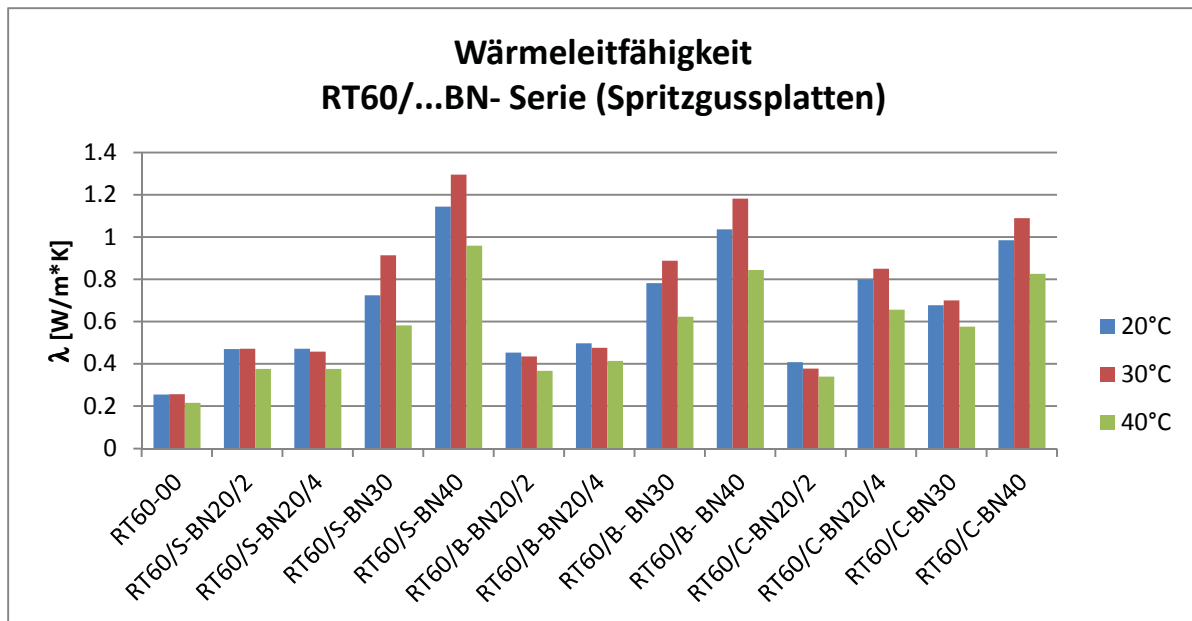


Abb. Wärmeleitfähigkeiten RT60/...BN-Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (Spritzgussplatten)

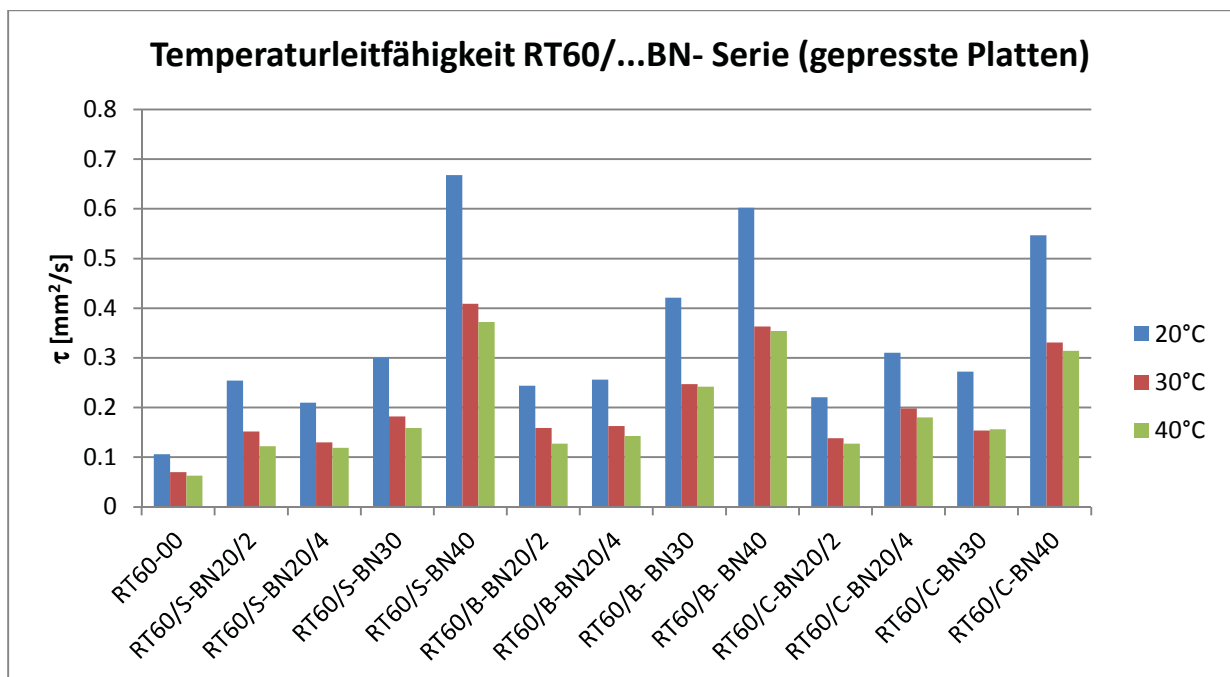


Abb.: Temperaturleitfähigkeiten RT60/...BN-Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (gepresste Platten)

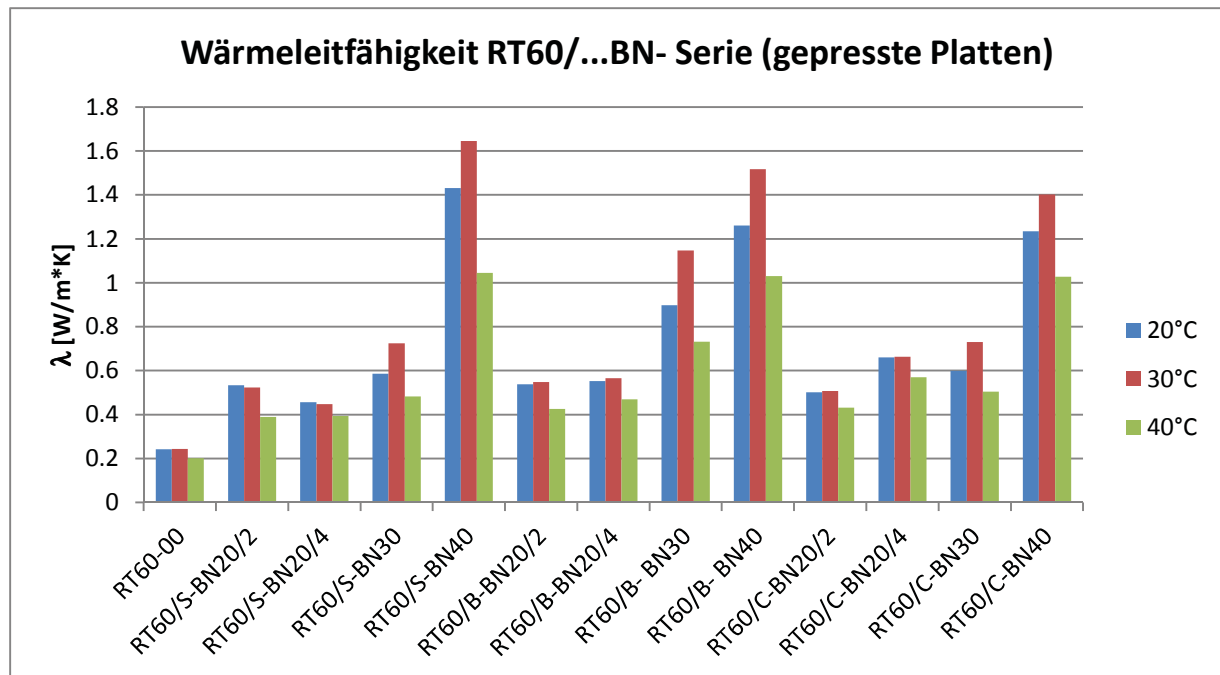


Abb.: Wärmeleitfähigkeiten RT60/...BN- Serie bei verschiedenen Messtemperaturen (gepresste Platten)

Die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten steigen mit der Erhöhung der Bornitridkonzentration bei allen Rezepturvarianten der Composites an. An den gepressten Platten wurden jeweils die höchsten Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeiten gemessen. Die höhere Scherung bei der Extrusion hat keinen gravierenden Einfluss auf die Dispergiertgüte im Compound. Die zusätzliche Scherung des Materials beim Spritzguss verbessert zum einen die Verteilung von Bornitrid in den Composites, verringert jedoch deren Leitfähigkeit. Nach Auswertung der Regression ist das Bornitrid im Composite mit dem cyclischen Polyesterpolymer CBT100 am besten dispergiert. Das Bestimmtheitsmaß ist nahezu gleich 1. Am Beispiel der Temperaturleitfähigkeiten wird dieser Zusammenhang in den folgenden Graphen deutlich.



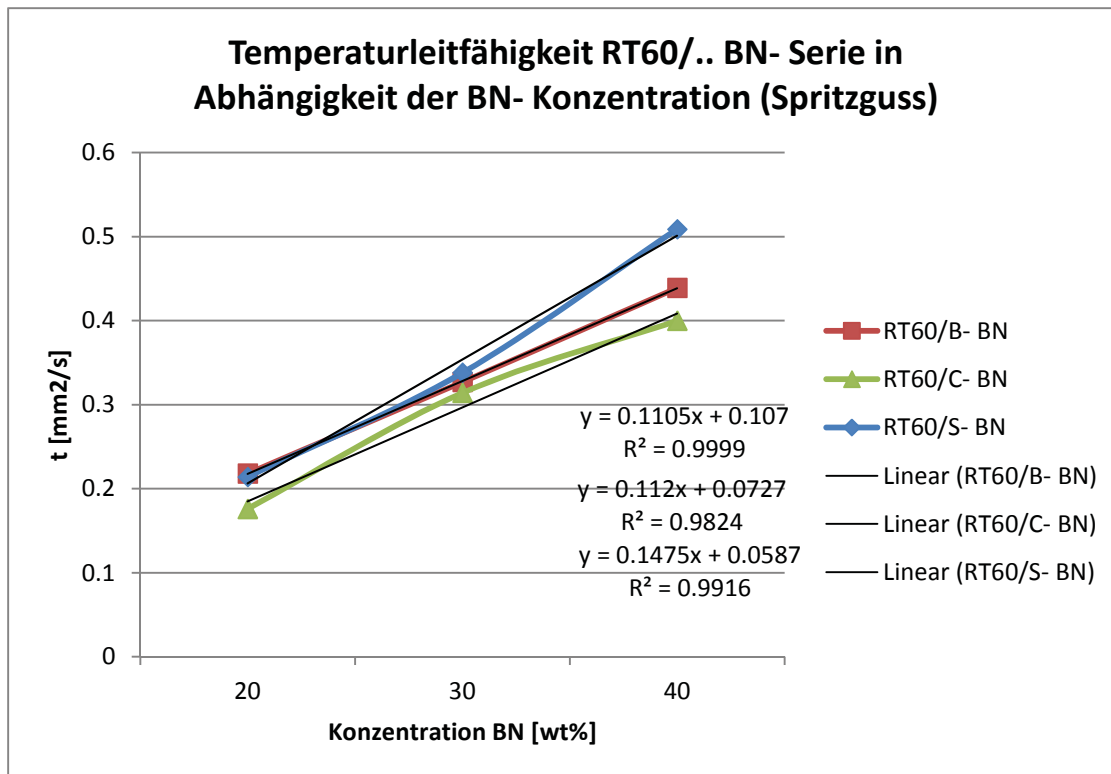


Abb.: Abhängigkeit d. Temperaturleitfähigkeit von der BN- Konzentration an Spritzgusskörpern einschließlich Regression (Matrixpolymer:PMMA)

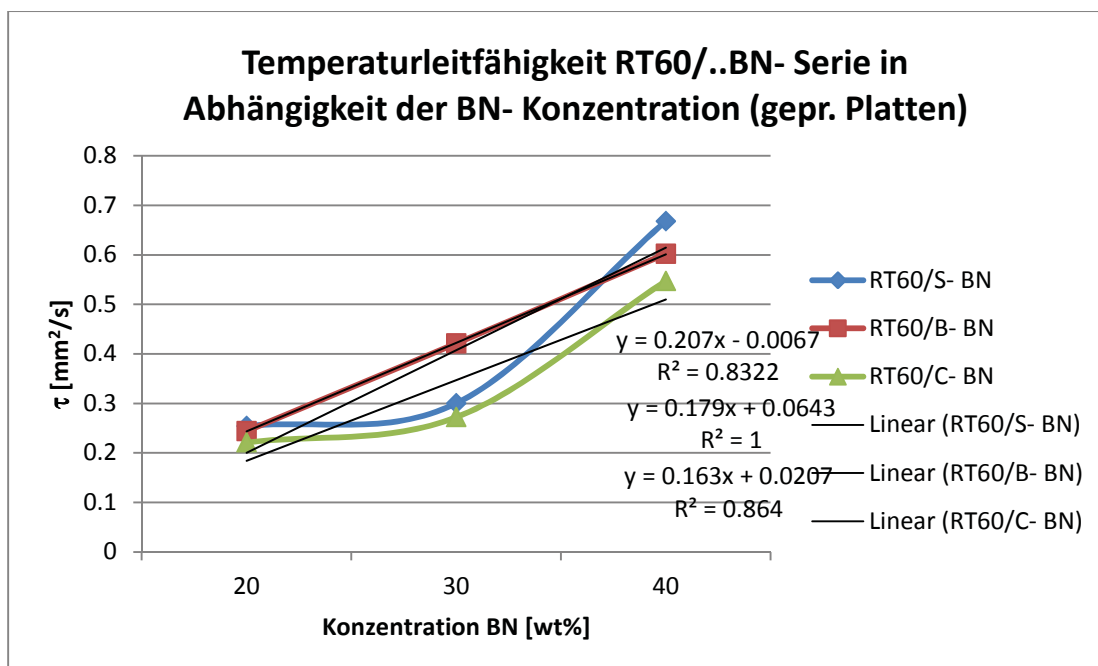
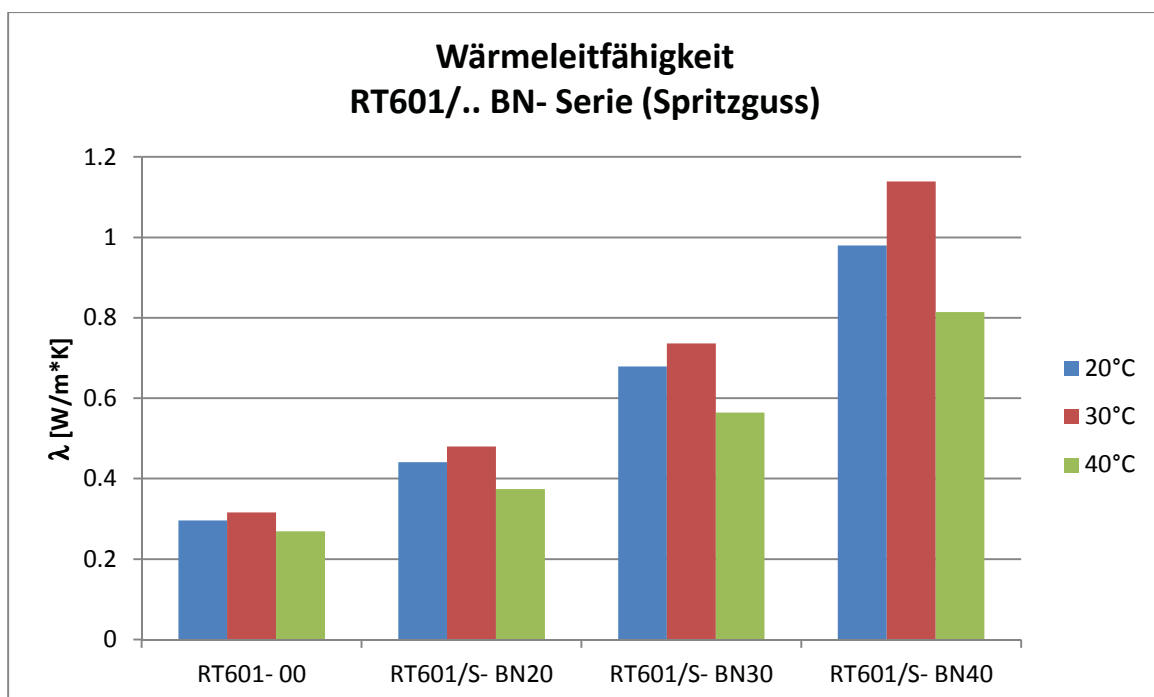
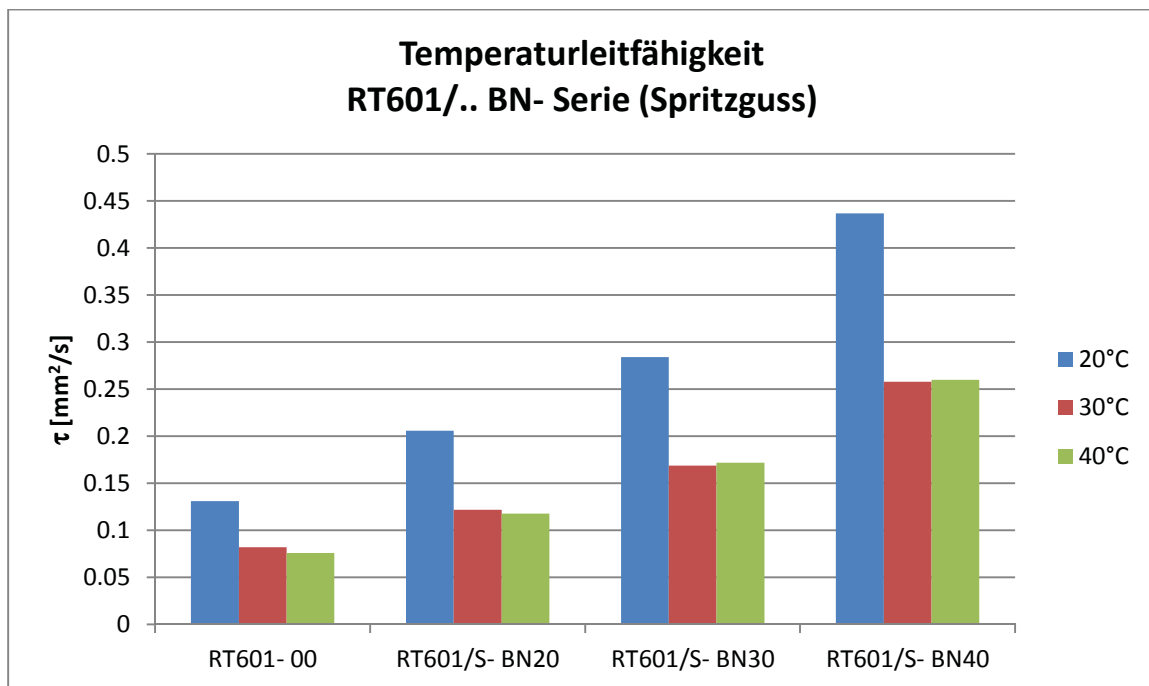
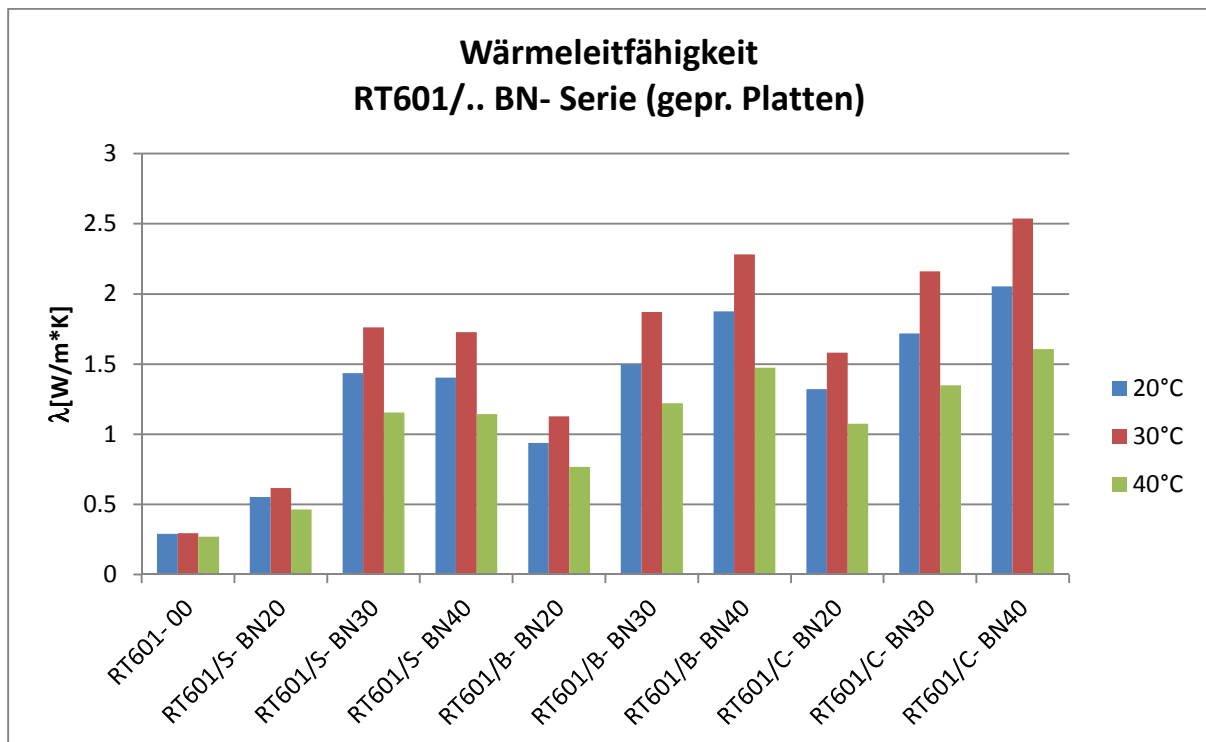
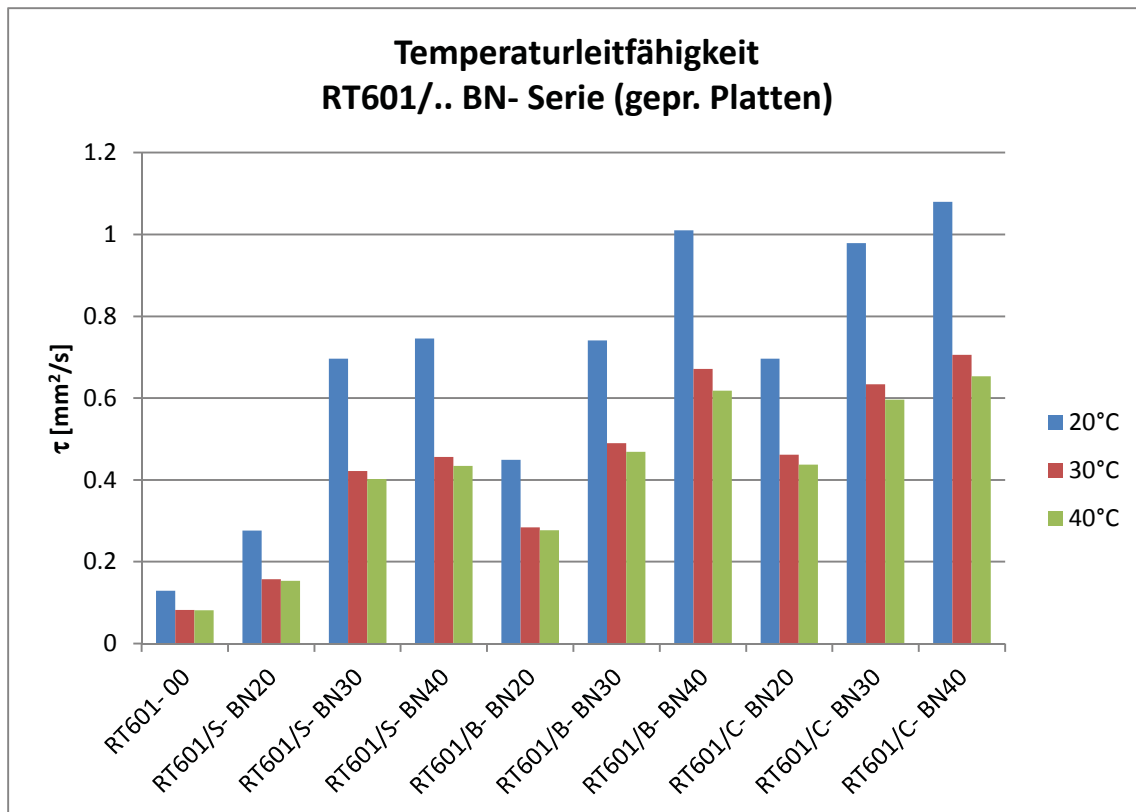


Abb.: Abhängigkeit d. Temperaturleitfähigkeit von der BN- Konzentration an gepressten Platten einschließlich Regression (Matrixpolymer:PMMA)

Die für die Temperaturabhängigkeit der Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeit gemachten Aussagen für die MWCNT- gefüllten PCM- Composites gelten für diese Compounds analog.

### RT601/... BN- Serie





Die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten steigen wiederum mit dem Gehalt an Bornitrid an. Die mit dem Reaktivoligomer Ceridust 5091 gefüllte Compound erreicht mit ca. 2,5 W/m·K den höchsten Wert für die Wärmeleitfähigkeit. Bei diesem

Composite ist möglicherweise die Benetzung von Bornitrid optimal, was zu einer guten Verteilung des Additivs führt. Die REM- Aufnahmen gestatten jedoch keine exakte Beurteilung. Die Rezepturen mit dem Block- Copolymer Septon 4055 unterscheiden sich in ihren Werten für die Leitfähigkeit bei der Zugabe von 30wt% bzw. 40wt% nur geringfügig. Hier scheint wieder die optimale Verteilung des BN im Composite nicht erfolgt sein. An Hand der folgenden Grafik mit einer Regresssionsanalyse wird dies verdeutlicht.

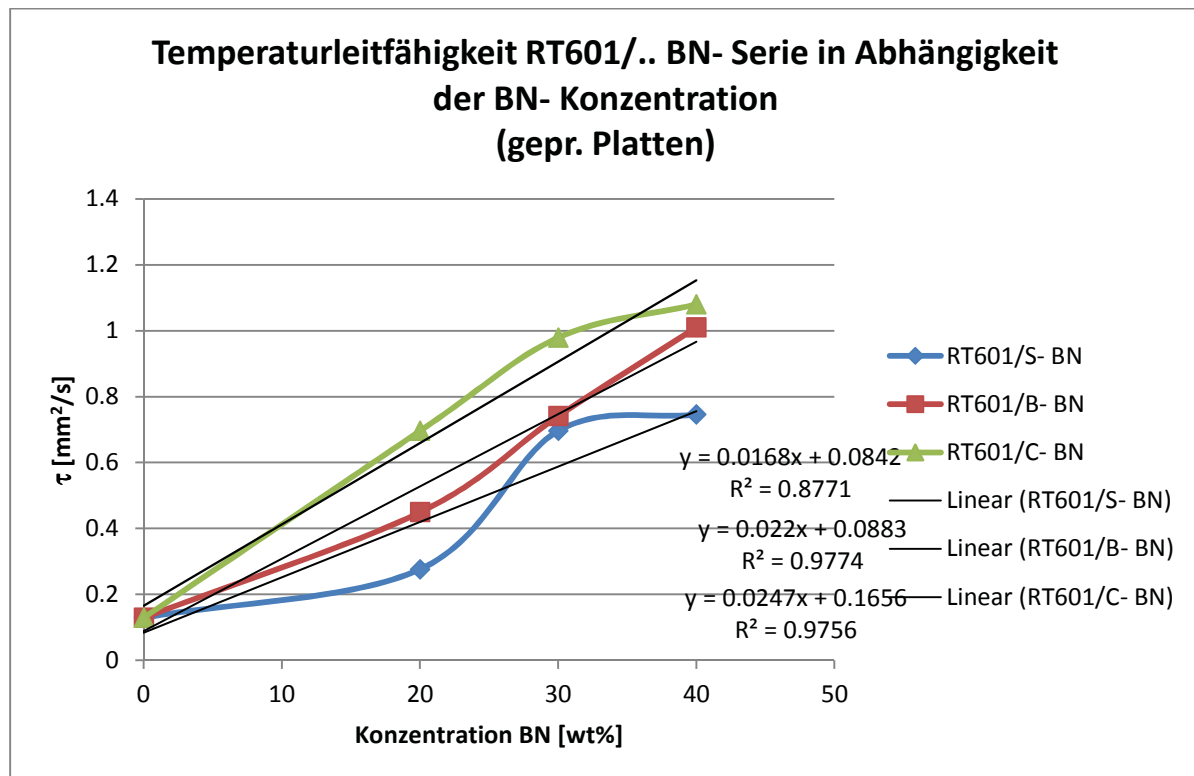


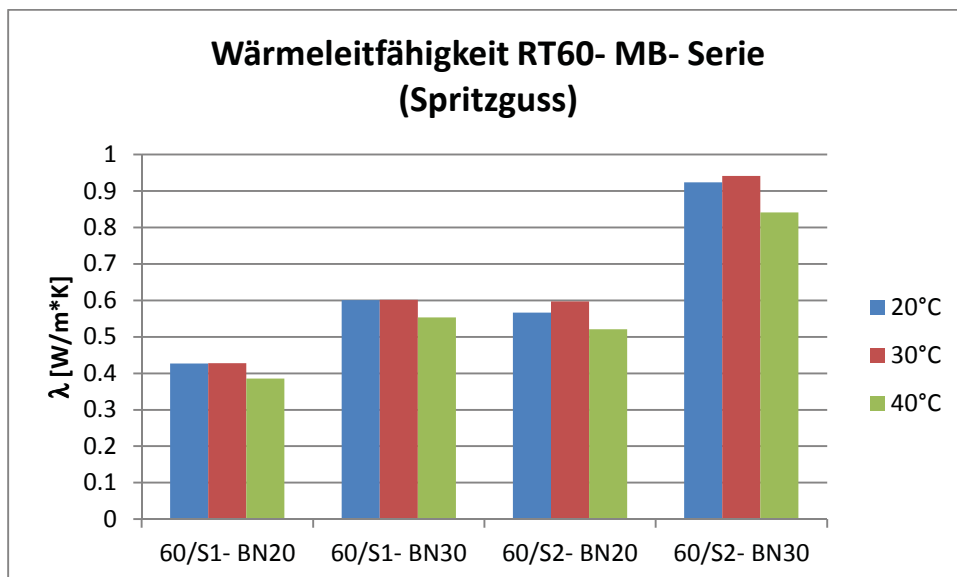
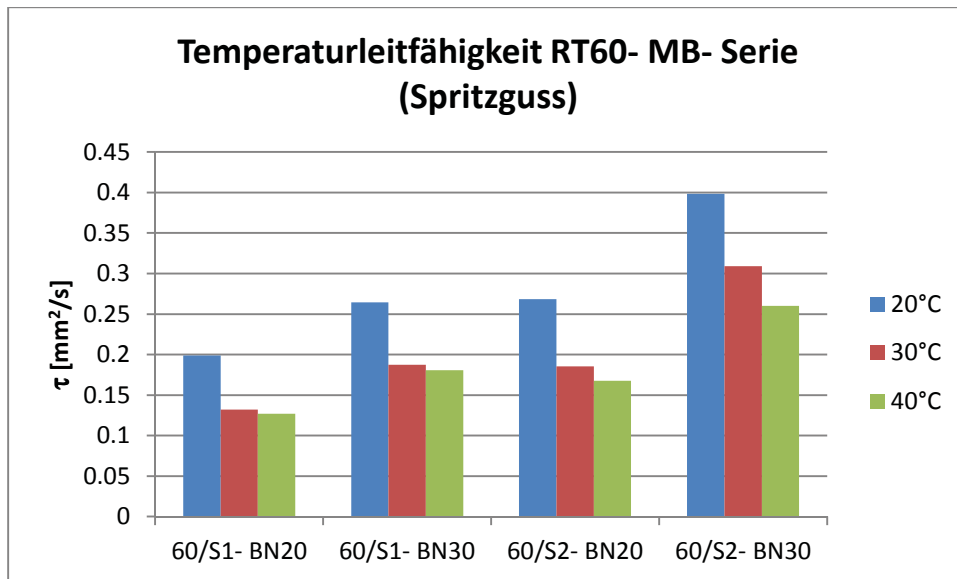
Abb.: Abhängigkeit d. Temperaturleitfähigkeit von der BN- Konzentration an gepressten Platten einschließlich Regression (Matrixpolymer:PE- LD)

Gegenüber der PCM- Composites der RT60/.. BN- Serie liegen die Werte der RT601/.. BN- Serie höher. Anstelle des PMMA wurde bei den Rezepturen RT601 PE- LD verwendet. Als Ursache hierfür wird das andere Fließverhalten des Polyethylen angesehen. Das bedeutet, dass bei den Verarbeitungstemperaturen der Compounds geringere Schmelzeviskositätsunterschiede zwischen Paraffin und dem PE bestehen, was zu einer besseren Benetzung und Verteilung der Additive führt.

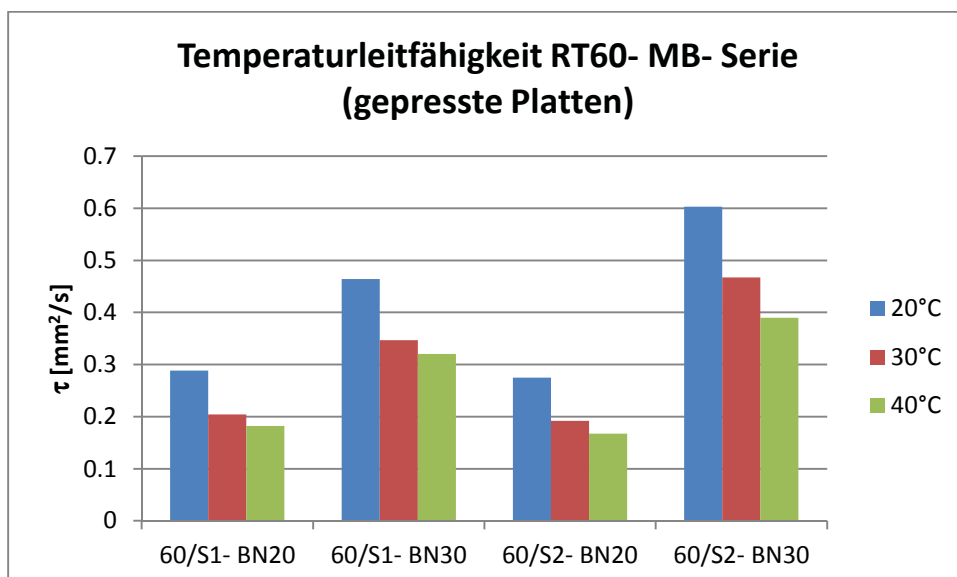
### RT60- MB- Serie

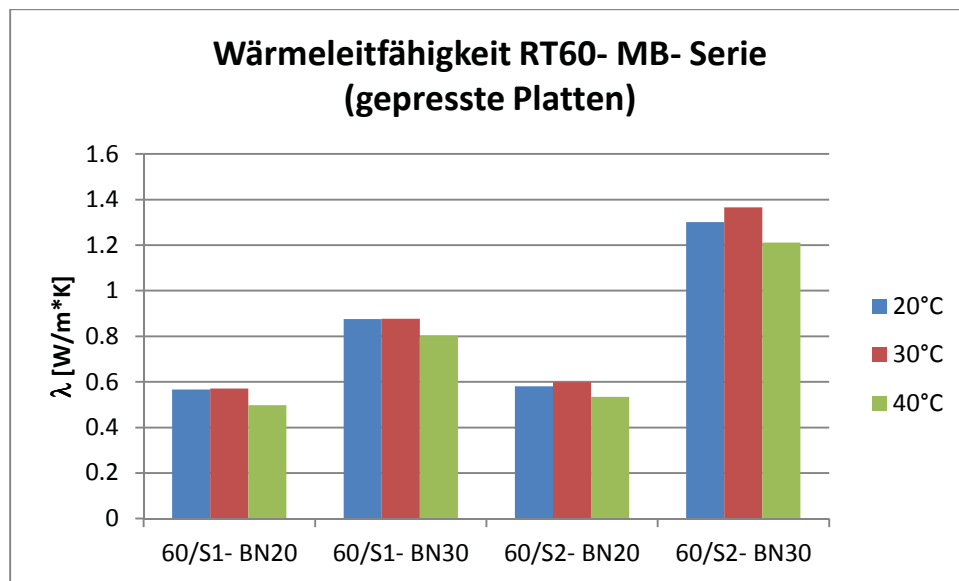
Bei dieser Versuchsserie wurde ein ungefüllter RT52- Compound (PK52) mit dem jeweiligen Masterbatch extrudiert. In den nachfolgenden Graphen sind die Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeit dargestellt.

a) Prüfkörper (Spritzguss)



b) Prüfkörper (gepresste Platten)





Die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten der PCM- Composites, welche mittels den 50wt%igen Masterbatches hergestellt wurden, steigen mit zunehmendem Bornitridgehalt an. Die Composites mit dem PE- Oligomer erreichten bei den gepressten Platten die höchsten Werte. Im Vergleich zu den PCM- Verbundmaterialien, die ohne den zusätzlichen Dispergierschritt direkt compoundiert wurden, sind die Temperatur-bzw. Wärmeleitfähigkeiten geringfügig niedriger.

Analog der PCM- Compounds der RT/60- bzw. RT601- Serie ist die Temperaturabhängigkeit dieser Versuche. Hier trifft das für diese Compounds gesagte gleichermaßen zu.

#### 4.2.3.2. DSC- Messungen

Mit diesen Untersuchungen wurde das thermische Verhalten der PCM- Verbunde untersucht. Neben der Bestimmung der Umwandlungsenthalpien wurden auch die Temperaturen der Schmelz- und Kristallisationspeaks bestimmt, die einen Rückschluss auf das Unterkühlungsverhalten des verwendeten PCM`s zulassen.

Die nachfolgende Tabelle enthält die gemessenen Daten:



## RT60/...BN- Serie

Vers.- Nr.	1.Lauf (Aufheizung)				1.Lauf (Abkühlung)				2.Lauf (Aufheizung)				2.Lauf (Abkühlung)			
	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
<b>60-00</b>	31.2	16.2	51.0	88.0	26.9	14.4	44.5	91.4	31.7	19.7	50.5	85.5	27.2	12.8	44.6	93.3
<b>60/S- BN20/2</b>	34.6	30.9	53.6	94.2	31.0	30.6	48.9	98.4	34.6	32.0	53.4	97.5	31.0	31.1	49.0	98.2
<b>60/S- BN20/4</b>	34.6	25.4	53.3	86.8	31.4	27.0	49.7	88.0	34.5	26.6	53.2	87	31.4	27.3	49.7	88.1
<b>60/S- BN30</b>	34.3	15.0	51.5	63.6	27.1	16.0	46.1	74.9	30.4	15.7	51.3	72.9	27.1	16.3	46.0	74.5
<b>60/S- BN40</b>	30.1	15.5	51.6	74.7	26.2	16.1	45.2	76.1	29.6	16.4	51.4	73.2	27.0	16.3	45.8	75.8
<b>60/B- BN20/2</b>	34.6	28.9	54.0	90.7	30.8	26.3	48.8	90.7	34.6	28.7	53.7	90.4	30.8	28.0	48.8	91.3
<b>60/B- BN20/4</b>	34.3	25.8	53.3	89.3	31.1	26.2	49.2	89.7	34.4	27.1	53.2	89.5	31.1	27.0	49.2	90.1
<b>60/B- BN30</b>	30.6	22.6	51.7	88.1	26.0	19.4	44.4	91.9	29.8	19.3	51.5	91.3	26.0	19.0	44.7	92.8
<b>60/B- BN40</b>	30.1	15.0	51.8	72.7	26.4	14.1	45.6	74.6	29.7	11.7	51.2	75.1	26.2	14.9	45.4	74.0
<b>60/C- BN20/2</b>	34.6	23.2	53.9	81.9	31.3	24.8	49.2	85.1	34.1	25.2	53.3	83.5	31.4	24.4	49.2	85.0
<b>60/C- BN20/4</b>	34.6	27.6	53.8	96	31.4	29.0	49.4	98.4	34.1	29.0	53.0	96.8	31.5	28.5	49.4	97.9
<b>60/C- BN30</b>	31.6	19.5	52.1	82.4	27.3	19.5	46.1	96.3	30.1	19.5	51.3	92.9	27.2	19.5	46.1	95.4

<b>60/C-BN40</b>	30.8	12.0	51.9	63.4	27.6	11.9	46.8	63.1	30.1	13.5	51.2	65.3	27.6	12.2	47.0	63.1
------------------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------

### RT601/... BN- Serie

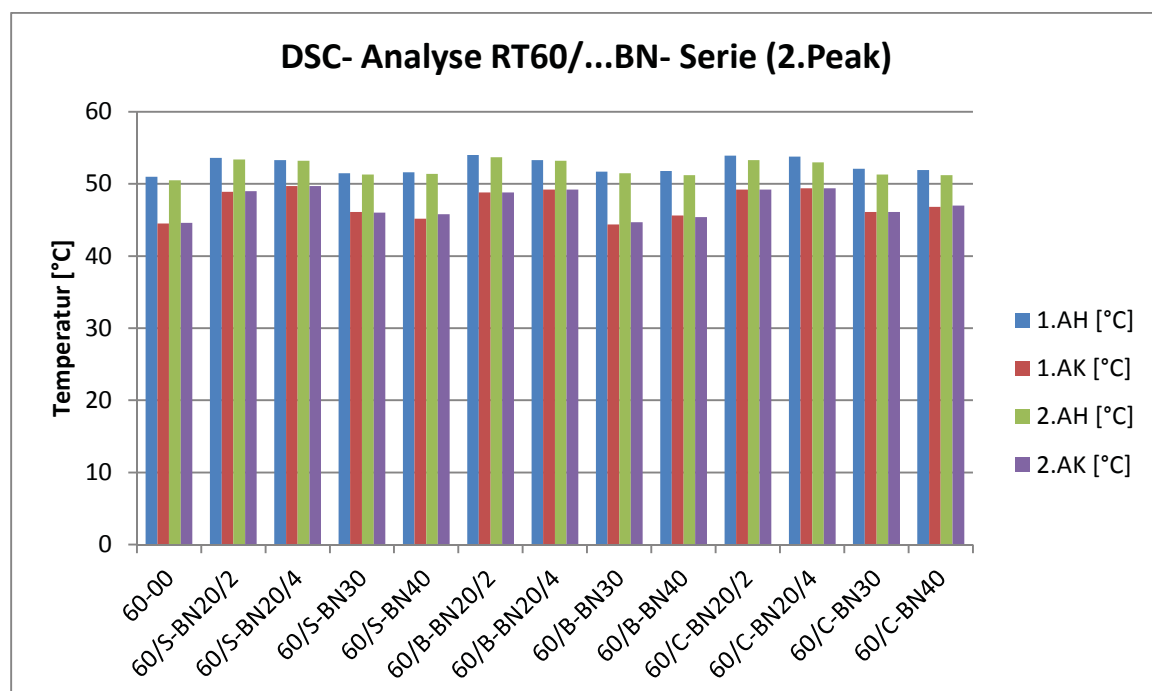
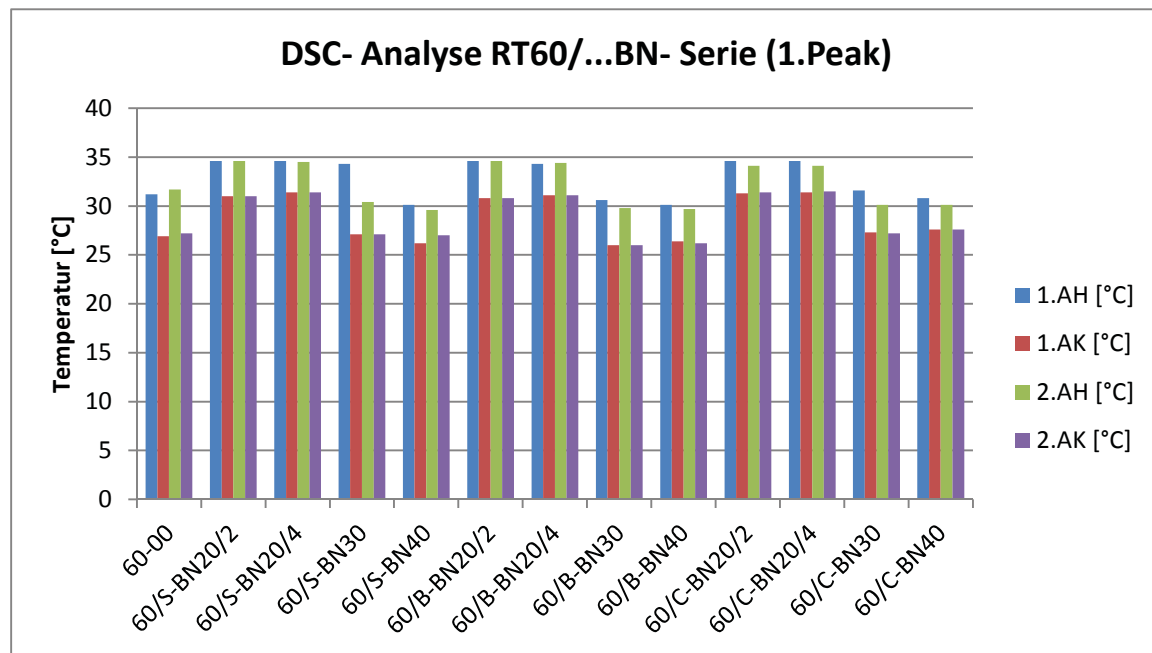
Vers.- Nr.	1.Lauf (Aufheizung)				1.Lauf (Abkühlung)				2.Lauf (Aufheizung)				2.Lauf (Abkühlung)			
	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]
<b>601-00</b>	32.0	9.2	51.1	72.0	26.7	10.1	44.8	77.6	30.9	11.5	51.2	72.0	26.8	12.1	44.9	80.2
<b>601/S-BN20</b>	30.5	xxxxxx	51.6	98.0	27.0	15.2	45.5	82.9	30.4	17.9	51.9	79.5	26.8	14.4	45.9	83.9
<b>601/S-BN30</b>	31.0	16.7	52.5	83.2	27.4	11.8	46.3	87.6	30.3	16.8	52.0	87.1	27.4	12.9	46.3	89.5
<b>601/S-BN40</b>	30.9	13.2	51.8	67.7	27.9	9.1	47.4	74.7	30.6	12.9	51.4	67.3	27.9	10.0	47.7	68.6
<b>601/B-BN20</b>	30.7	17.4	52.1	82.9	27.4	7.1	47.1	91.8	29.7	11.4	51.3	85.4	27.4	9.2	47.0	89.2
<b>601/B-BN30</b>	31.1	18.8	52.9	93.8	27.3	11.1	46.8	97.2	30.2	18.2	51.4	95.8	27.5	11.0	46.8	97.5
<b>601/B-BN40</b>	30.8	11.0	52.0	65.1	26.9	6.5	46.7	68.2	29.9	9.3	51.4	64.8	27.1	7.1	47.5	66.7
<b>601/C-BN20</b>	30.6	10.5	51.6	68.5	27.4	6.2	46.8	81.0	29.6	9.9	51.0	75.4	27.3	6.5	46.7	80.2
<b>601/C-BN30</b>	31.1	16.6	53.2	92.5	27.9	10.9	47.7	97.7	29.5	17.7	51.1	94.6	27.7	11.6	47.9	93.8
<b>601/C-BN40</b>	30.4	12.0	52.6	77.55	27.5	7.6	47.9	85.6	29.4	14.1	50.9	80.9	27.6	8.9	47.8	83.3

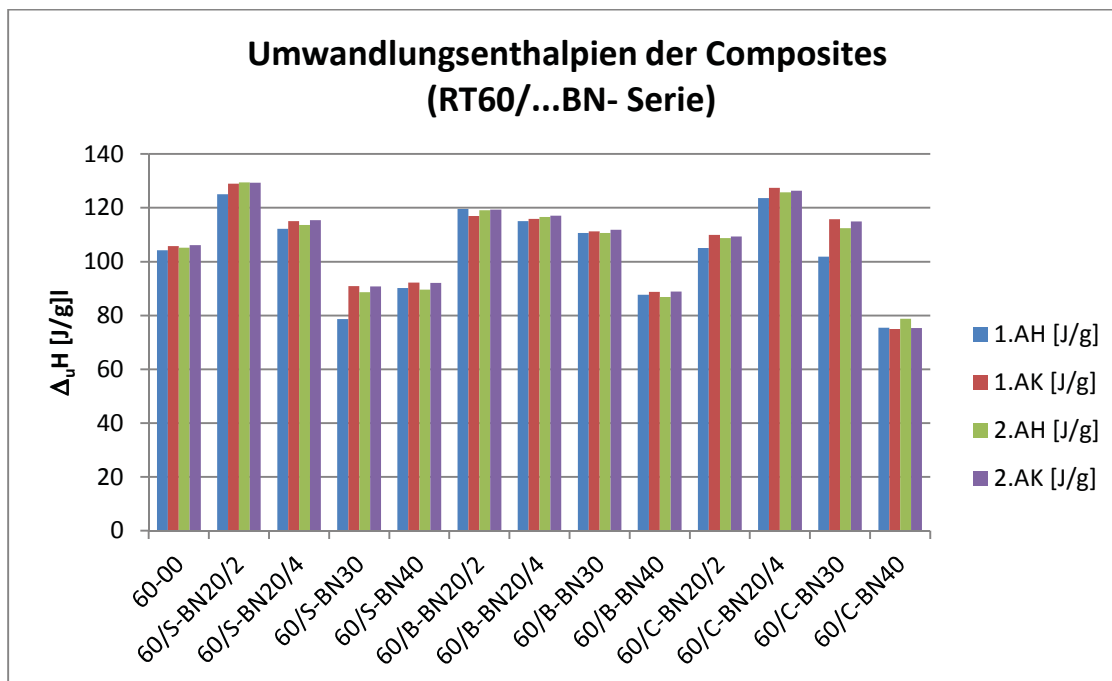
## RT60-MB-Serie

Vers.- Nr.	1.Lauf (Aufheizung)				1.Lauf (Abkühlung)				2.Lauf (Aufheizung)				2.Lauf (Abkühlung)			
	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
<b>60/S1- BN20</b>	32,1	12,53	52,0	62,74	27,4	13,56	46,1	60,0	31,9	12,17	52,4	62,54	31,9	12,17	52,4	62,54
<b>60/S1- BN30</b>	31,9	8,79	51,1	40,45	27,3	10,96	47,5	39,3	31,7	8,16	51,0	38,01	31,7	8,16	51,0	38,01
<b>60/S2- BN20</b>	31,2	6,27	50,7	48,99	28,1	7,38	46,6	52,95	31,3	7,71	51,0	52,35	31,3	7,71	51,0	52,35
<b>60/S2- BN30</b>	30,1	2,99	50,8	31,71	28,0	7,29	46,2	52,31	30,7	9,37	49,4	59,91	30,7	9,37	49,4	59,91

## RT60/...BN- Serie

Alle Versuchsproben zeigen bei den DSC- Messungen jeweils 2 Schmelzpeaks und 2 Kristallisationspeaks. Die Unterkühlung der PCM- Composites liegt ähnlich wie bei den Carbonnanotube gefüllten Materialien, wobei in den DSC- Kurven durch das Bornitrid kein sichtbarer Nukleierungseffekt zu beobachten ist. Die Peaks um 30 °C sind bei allen Versuchen nochmal aufgespalten, was wieder auf ein Paraffingemisch oder aber auf eine Fest- Fest- Umwandlung hinweist. In den nachfolgenden Graphen sind die Peaktemperaturen der 2 DSC- Läufe dargestellt. Die Aufsplittung des 1. Peaks ist nicht mit dargestellt. Es ist nur der Hauptpeak dargestellt.

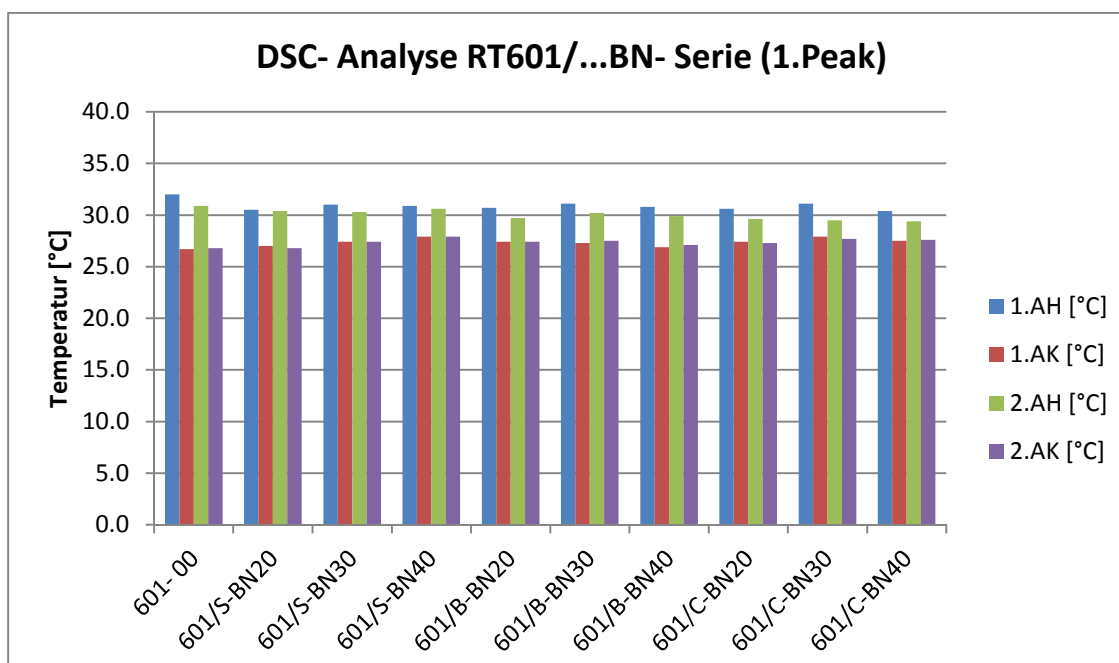


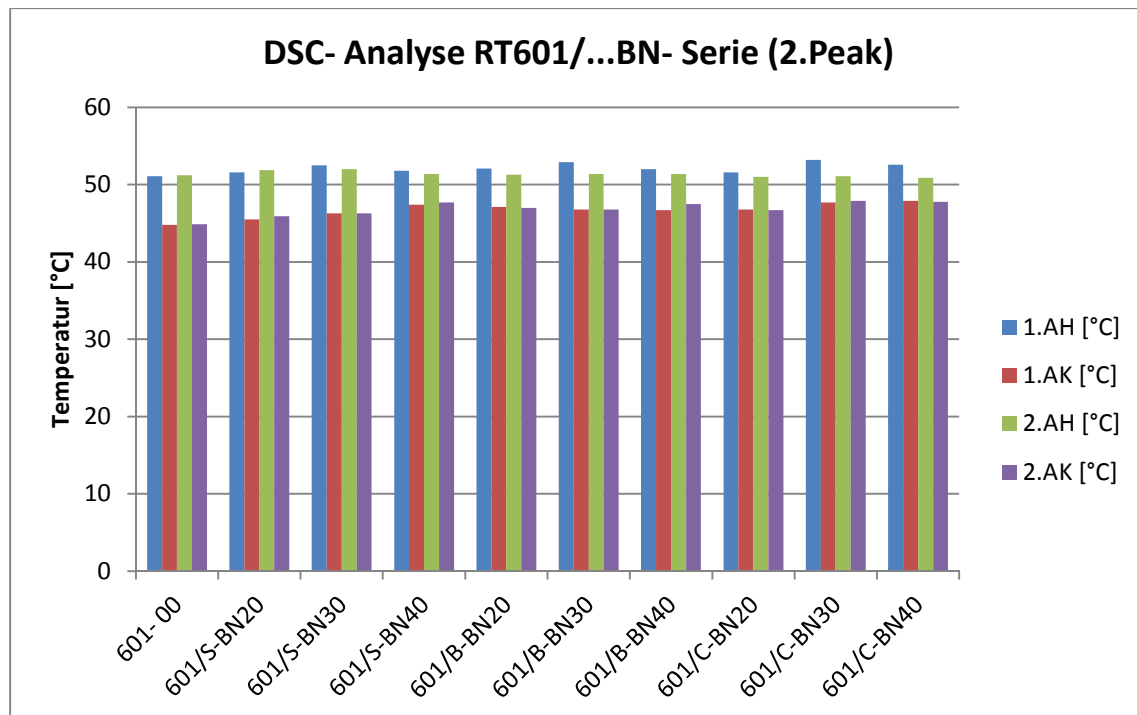


Die Umwandlungsenthalpien der PCM- Compounds liegen teilweise geringfügig über bzw. unter den theoretisch berechneten Werten. Die theoretischen Werte der Composite mit 30wt% Bornitrid sind 103,8 J/g +/- 7,5% und die Werte der mit 40%wt gefüllten Proben 86,5 J/g +/- 7,5%.

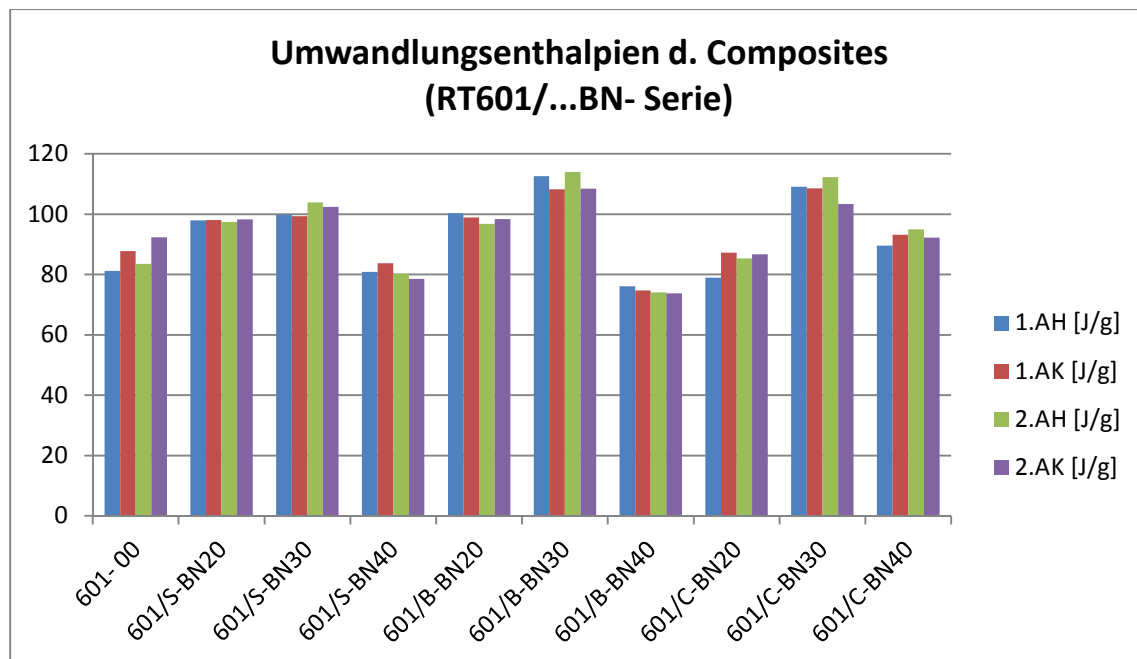
### RT601/... BN- Serie

Die Messergebnisse der DSC- Analyse der RT601/...BN- Serie ist in den folgenden Graphiken dargestellt.



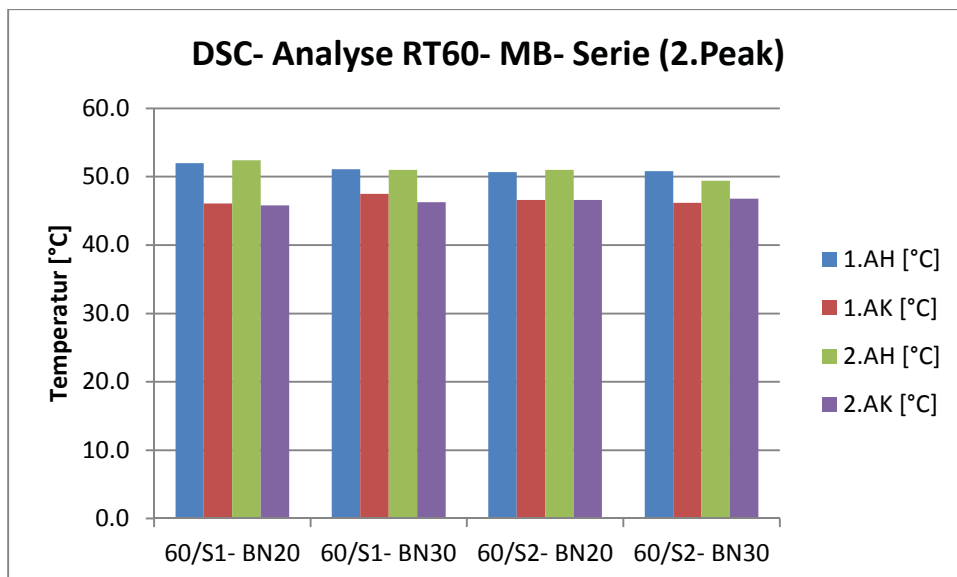
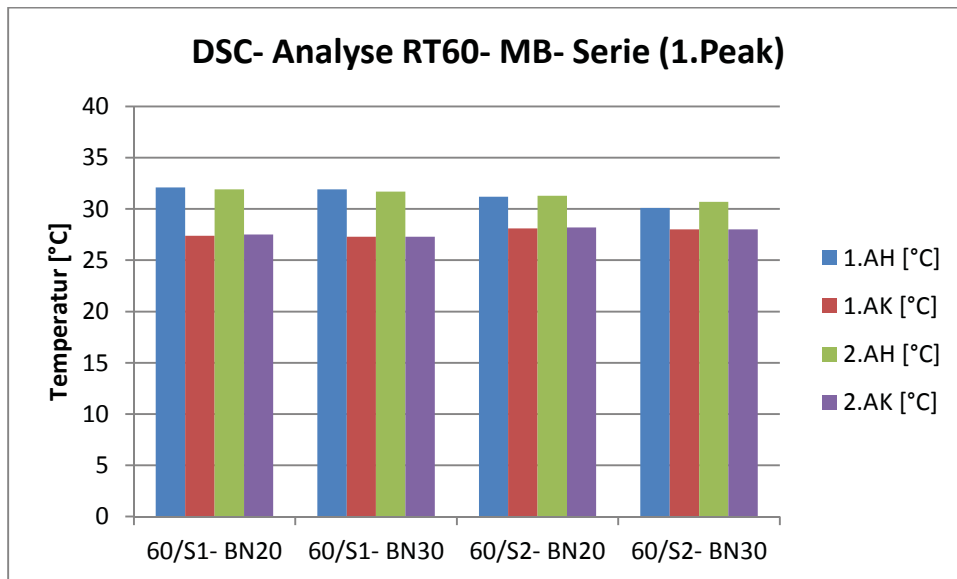


An den Temperaturpeaks der beiden Messläufe wird wieder der Unterkühlungseffekt deutlich. Zwischen dem Schmelz- und Kristallisationsvorgang ergibt sich eine Temperaturdifferenz von ca. 3 °C – ca. 6 °C. Eine Nukleierung ist nicht zu beobachten. In der nachfolgenden Abbildung ist die Umwandlungsenthalpie der PCM-Composites dargestellt.

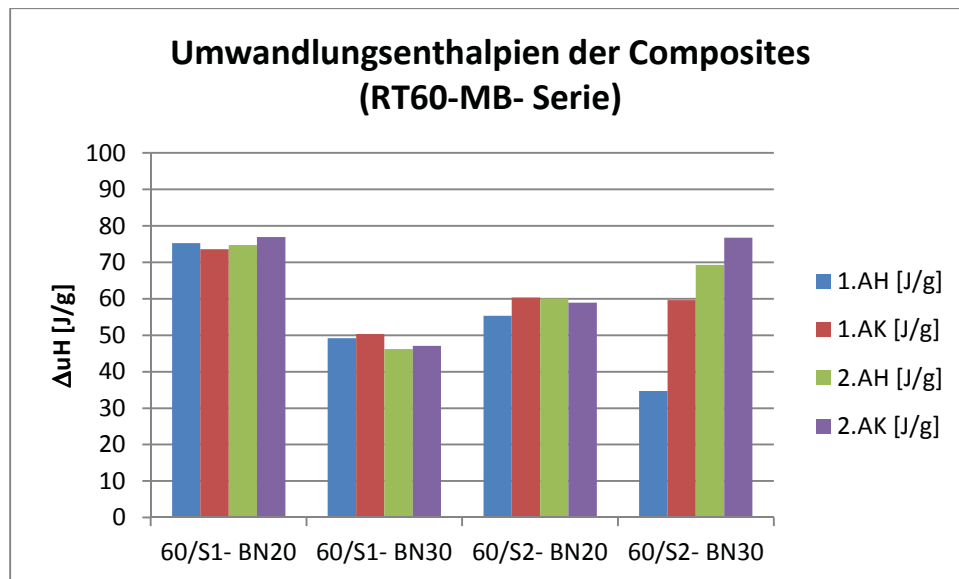




## RT60- MB- Serie



An den Temperaturdifferenzen der Peaks der Aufheizungs- und Abkühlungskurven ist wiederum der Unterkühlungseffekt zu beobachten. Die Temperaturdifferenz beträgt 2°C bis 6°C. Die nachfolgende Abbildung zeigt die Umwandlungsenthalpien beider Peaks.



Die theoretischen Werte der Umwandlungsenthalpien liegen bei den 20wt%igen Compounds bei 72,7J/g und bei den 30wt%igen bei 48,4J/g. Die tw. sehr hohen Differenzen zwischen Soll- und Istwert wird mit der ungenügenden Dispergierung des Bornitrids erklärt.

#### 4.2.3.3. Thermisch- mechanische Analyse

Diese Untersuchungen sollten einen Aufschluss über das Ausdehnungsverhalten der Verbundmaterialien bis zum Arbeitspunkt des PCM geben. Es wurde der Längenausdehnungskoeffizient  $\alpha_{\text{techn.}}$  in 2 Raumrichtungen bestimmt. Der Koeffizient  $\alpha_{\text{techn.}}$  wurde an gespritzten Prüfkörpern bestimmt. Die nachfolgende Tabelle enthält die Messergebnisse.

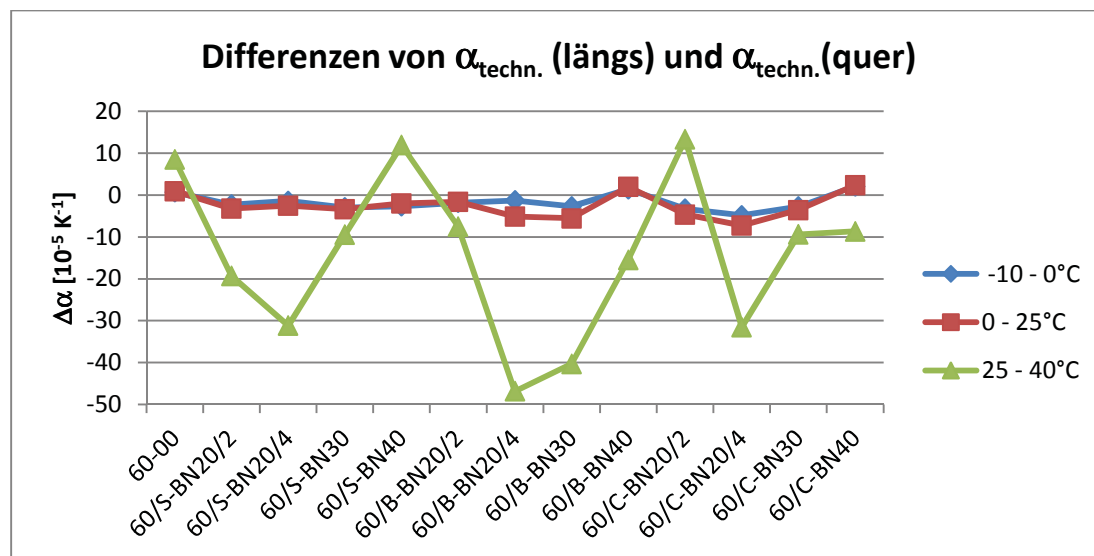
#### RT60/... BN- Serie

Vers.-Nr.	Richtung	Temp.- Bereich			
		-10 - 0°C	0 - 25°C	25 - 40°C	40 - 50°C
		[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]
<b>60-00</b>	längs	17.709	22.064	61.017	*
	quer	16.992	21.115	52.512	*
<b>60/S-BN20/2</b>	längs	14.611	17.896	14.930	*
	quer	16.879	21.101	34.203	93.193
<b>60/S-BN20/4</b>	längs	15.044	18.036	11.912	*
	quer	16.462	20.553	43.060	123.209
<b>60/S-BN30</b>	längs	9.925	17.564	36.191	35.435
	quer	12.910	20.926	45.627	42.677
<b>60/S-BN40</b>	längs	14.151	19.781	28.963	53.460
	quer	16.800	21.754	17.028	134.497
<b>60/B-BN20/2</b>	längs	13.376	17.897	30.996	12.368
	quer	15.193	19.473	38.541	27.518



Längenausdehnung. Eine Abhängigkeit des Ausdehnungskoeffizienten vom Bornitridgehalt konnte nicht nachgewiesen werden.

Aus den Differenzen der ermittelten Ausdehnungskoeffizienten in Längs- und Querrichtung konnte eine Aussage zur Richtungsabhängigkeit gemacht werden. Die nachfolgende Graphik enthält die Kurven.

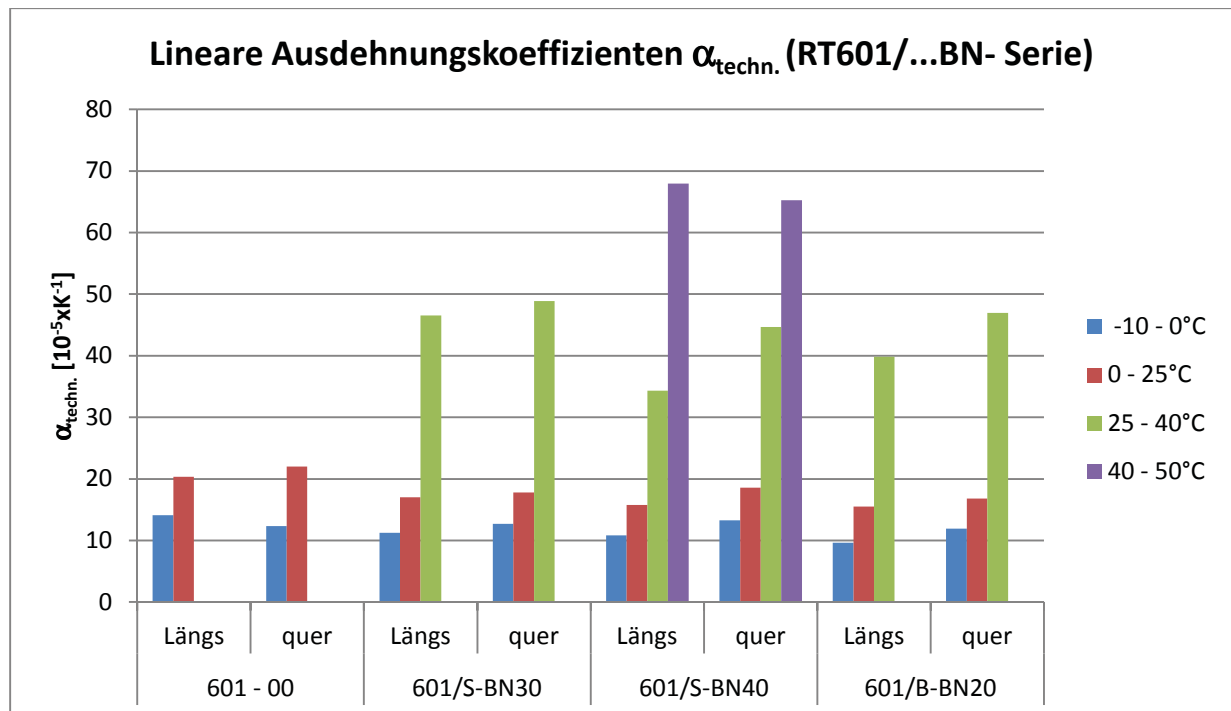


Die Kurven in den Temperaturbereichen -10°C bis 0°C und 0°C bis 25°C zeigen lediglich kleine Differenzen, so dass man von nahezu isotropen Verhalten ausgehen kann. Der Temperaturbereich von 25°C bis 40°C kann zur Auswertung nicht herangezogen werden, da das Material bereits zu erweichen beginnt.

### RT601/...BN- Serie

Vers.-Nr.	Richtung	Temp.- Bereich			
		-10 - 0°C	0 - 25°C	25 - 40°C	40 - 50°C
		[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]
<b>601 - 00</b>	längs	14.098	20.345	*	*
	quer	12.344	21.980	*	*
<b>601/S-BN30</b>	längs	11.272	17.005	46.519	*
	quer	12.72	17.813	48.856	*
<b>601/S-BN40</b>	längs	10.809	15.766	34.298	67.925
	quer	13.261	18.595	44.682	65.224
<b>601/B-BN20</b>	längs	9.641	15.528	39.839	*
	quer	11.908	16.833	46.953	*

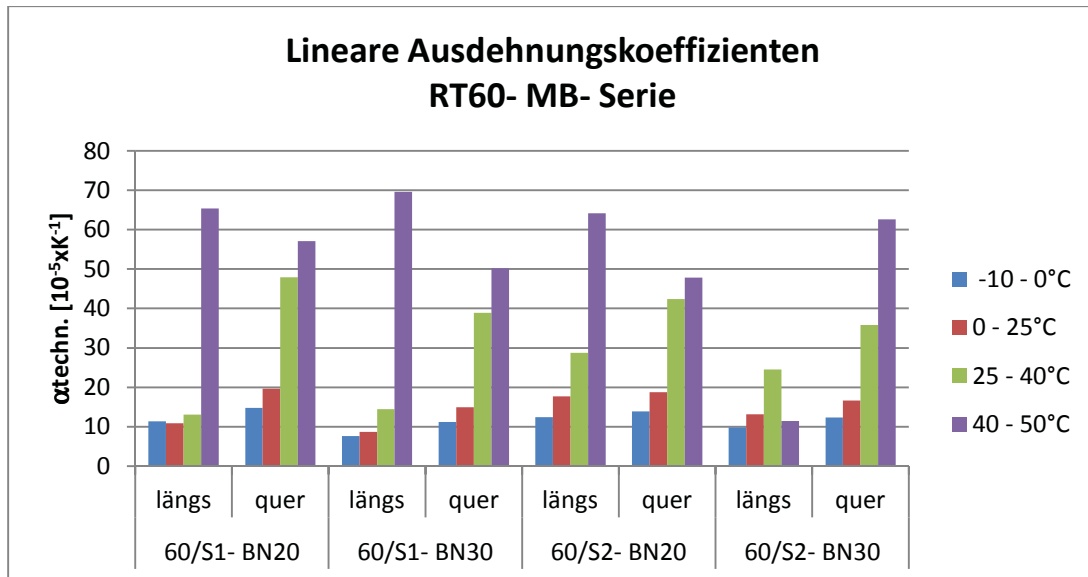
\* kein sinnfälliges Messergebnis, Proben verbiegen sich während der Messung



Die  $\alpha_{\text{techn.}}$ -Werte der Nullprobe RT601-00 liegen geringfügig unter den BN- gefüllten Versuchseinstellungen. Mit steigender Temperatur nimmt der lineare Ausdehnungskoeffizient analog der RT60/...BN- Serie wieder zu, wobei die im Erweichungsbereich des Paraffins gemessenen Werte stark schwanken. Die Differenzen der  $\alpha_{\text{techn.}}$  sind so gering, dass man wieder von nahezu isotropen Verhalten ausgehen kann. Von allen anderen Rezeptureinstellungen konnten keine maßhaltigen Prüfkörper gespritzt werden.

### RT60- MB- Serie

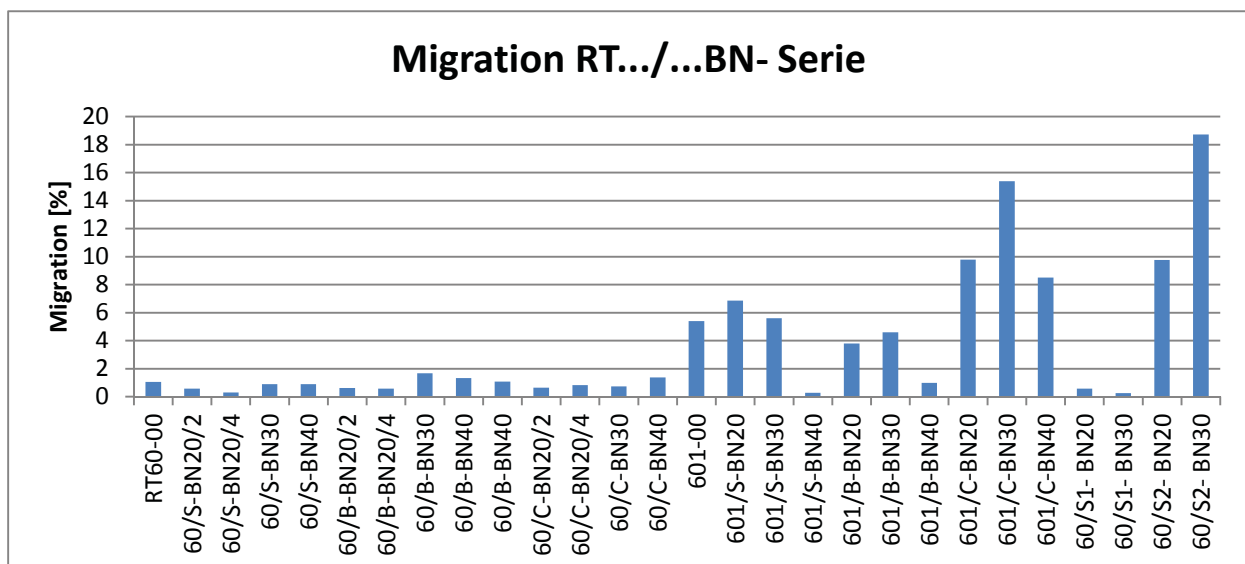
Vers.-Nr.	Richtung	Temp.- Bereich			
		-10 - 0°C	0 - 25°C	25 - 40°C	40 - 50°C
		[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]
60/S1- BN20	längs	11,312	10,892	13,022	65,435
	quer	14,733	19,606	47,958	57,127
60/S1- BN30	längs	7,634	8,628	14,409	69,625
	quer	11,156	14,953	38,893	50,192
60/S2- BN20	längs	12,409	17,683	28,776	64,145
	quer	13,897	18,752	42,362	47,865
60/S2- BN30	längs	9,839	13,172	24,478	11,427
	quer	12,358	16,643	35,806	62,623



Die Messwerte der Ausdehnungskoeffizienten sind im Vergleich der RT60/...BN- bzw. RT601/...BN- Compounds etwas geringer. Aufgrund der niedrigeren Konzentration an Paraffin im Composite ist das spezifische Volumen kleiner, was sich bei Temperaturerhöhung auf den  $\alpha_{\text{techn}}$  – Wert auswirkt. Der Vergleich der Prüfung unterschiedlicher Richtungen weist ebenfalls auf isotrope Eigenschaften der Composites hin.

#### 4.2.3.4. Migrationsverhalten

Das Migrations- bzw. Ausschwitzverhalten wurde an Hand des Gewichtsverlustes nach 28 Stunden Lagerung von gespritzten Isonormstäben ermittelt. Die Lagertemperatur betrug einheitlich 90°C. In der folgenden Grafik sind die prozentualen Gewichtsverluste dargestellt.





Bei den Rezepturvarianten RT60/..BN mit PMMA als Polymermatrix ist die Migration des Paraffins RT52 am geringsten. Die Werte sind teilweise deutlich unter 2% und liegen damit nur geringfügig über denen der MWCNT gefüllten Compounds. Offensichtlich wird dem Septon 4055 und dem PMMA eine optimale Kompatibilität zu dem Paraffin erreicht. PMMA trägt ferner mit seiner käfigartigen morphologischen Struktur dazu bei, die Diffusion von Paraffin zu verringern.

Bei der Verwendung von PE-LD als Matrixpolymer wird eine geringe Migration von Paraffin bei hohen Füllgraden an Bornitrid erreicht. Hier wird das vor allem auf die graphitähnliche Struktur des hexagonalen Bornitrids, in die das Paraffin in die freien Räume des Schichtgitters stabil eingelagert werden kann. Der Molekülaufbau des cyclischen Polyesteroligomers ist ebenfalls gitternetzartig, so dass Paraffinmoleküle darin eingeschlossen werden können. PCM- Composites mit dem PE- Oligomer zeigen die höchsten Migrationswerte, auch bei den RT60- Masterbatchvarianten (S2-Rezeptur).

#### 4.2.3.5. REM- Untersuchungen

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die an der Fa. UP Transfer Potsdam aufgenommenen rasterelektronische Aufnahmen der mit Bornitrid gefüllten PCM-Composites. Die Untersuchungen wurden an den gepressten Platten durchgeführt.

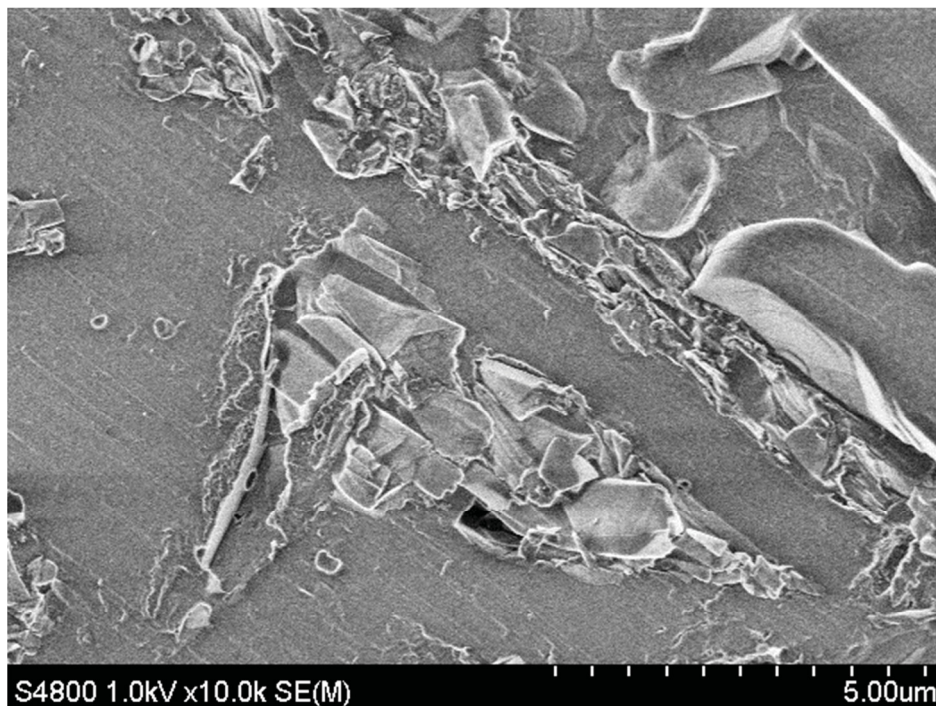


Abb.: RT60/C- BN20 (60wt% Paraffin, 5wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 5wt% Ceridust, 20wt% Bornitrid; 200 U/Min)

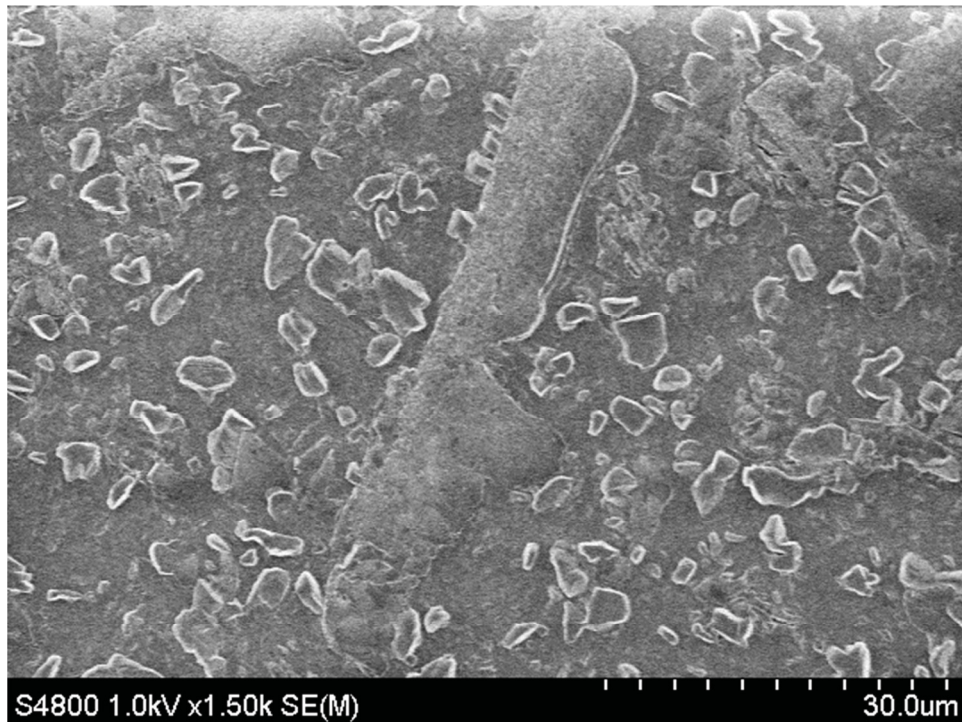


Abb.: RT60/S- BN20/2

(60wt% Paraffin, 10wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 20wt% Bornitrid; 200 U/Min)



Abb.: RT60/B- BN20/2

(60wt% Paraffin, 5wt% PMMA, 10wt%Septon 4055, 5wt% CBT100, 20wt% Bornitrid; 200 U/Min)

### 4.3. Untersuchung des Verbundsystems Paraffin- MWCNT/Bornitrid- Polymer

#### 4.3.1. Rezepturen

Vers.-Nr.	RT52 [wt%]	PMMA [wt%]	PE- LD [wt%]	Septon 4055 [wt%]	CBT100 [wt%]	Ceri dust [wt%]	MW CNT [wt%]	Bor nitrid [wt%]
<b><i>RT60/-NTBN Serie</i></b>								
<b>RT60/S- NT10/BN10</b>	60	10	-	10	-	-	10	10
<b>RT60/B- NT10/BN10</b>	60	-	-	10	10	-	10	10
<b>RT60/C- NT10/BN10</b>	60	-	-	10	-	10	10	10
<b>RT60/S- NT20/BN10</b>	60	5	-	5	-	-	20	10
<b>RT60/B- NT20/BN10</b>	60	-	-	5	5	-	20	10
<b>RT60/C- NT20/BN10</b>	60	-	-	5	-	5	20	10
<b><i>RT601/..NTBN- Serie</i></b>								
<b>RT60/S- NT10/BN10</b>	60	-	10	10	-	-	10	10
<b>RT60/B- NT10/BN10</b>	60	-	10	-	10	-	10	10
<b>RT60/C- NT10/BN10</b>	60	-	10	-	-	10	10	10
<b>RT60/S- NT20/BN10</b>	60	-	5	5	-	-	20	10
<b>RT60/B- NT20/BN10</b>	60	-	5	-	5	-	20	10
<b>RT60/C- NT20/BN10</b>	50	-	5	-	-	5	20	10



## 4.3.2. Versuchsbedingungen

### 4.3.2.1. Extrusion

Die Einstellparameter des Extruders und des Granulators erfolgte analog den im Punkt 4.3.2.1. genannten Bedingungen. Die Versuche wurden jedoch ausschließlich mit einer Schneckendrehzahl des Extruders von 400U/Min. durchgeführt.

#### 4.3.2.1. Spritzguss

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die Spritzparameter an der Spritzgießmaschine.

Userpage 08:47:24 30.03.2012

RT60/S- NT10BN10 (Platten : 60x60x2mm)

<b>Temperaturprofil:</b>		Kühlzeit: 25,00 s	
Soll C	Düse Zone 1 Zone 2 Zone 3 Einzug	Werkzeugtemperatur: 30C	
	190 185 180 170 30		
<b>Dosieren:</b>		Trocknung:	
v [mm/s]	150 150		
V [ccm]	0,0 50,0		
p [bar]	40 40		
<b>Einspritzgeschwindigkeiten:</b>		Volumen A 50,0	
Q [ccm/s]	5,0 15,0 15,0 15,0	Restvolumen A 10,9	
V [ccm]	0,0 8,0 12,0	Umschaltpunkt A 14,0	
Einspritzdruck 203		Füllzeit 2,89	
Spitzenwert		Volumen B 0,01	
		Restvolumen B 0,00	
<b>Nachdruck:</b>		Umschaltpunkt B 0,00	
p [bar]	10 200 200	Füllzeit 0,00	
t [s]	15,00 14,50 0,00	Zykluszeit 82,59	
		Zyl. B Soll C 0 0 0 0	

Allgemein USP1: ?????????????\* USP2: ?????????????\* USP3: ?????????????

M E C N

200,6 mm  
-0,9 mm  
50,2 mm  
246,1 mm  
1  
Stückzahl  
Gut 1182  
Rest -682  
Zykluszeiten  
86,70s  
0,00s  
Temperatur  
Öl 38C  
Schränk 31C  
A 55,8 ccm  
B 0,03 ccm

Userpage 11:36:09 30.03.2012

### RT60/C- NT10BN10 (Platten : 60x60x2mm)

Temperaturprofil:						Kühlzeit:	20,00 s	
Soll	C	Düse	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Einzug	Werkzeugtemperatur:	30C
		160	150	150	150	30		

Dosieren:		v [mm/s]	150	150
	V [ccm]	0,0	25,0	
	p [bar]	40	40	

Einspritzgeschwindigkeiten:				
Q [ccm/s]	5,0	25,0	25,0	25,0
V [ccm]	0,0	8,0	12,0	

Einspritzdruck Spitzenwert: 191

Nachdruck:	
p [bar]	100 150 150
t [s]	20,00 19,50 0,00

Trocknung:	
Volumen A	25,0
Restvolumen A	7,7
Umschaltpunkt A	10,2
Füllzeit	0,87
Volumen B	0,01
Restvolumen B	0,00
Umschaltpunkt B	0,00
Füllzeit	0,00
Zykluszeit	42,96
Zyl. B Soll C	0 0 0 0

Allgemein USP1: ?????????????\* USP2: ?????????????\* USP3: ?????????????

M E Ü

Userpage 11:33:05 30.03.2012

### RT60/B- NT10BN10 (Platten : 60x60x2mm)

Temperaturprofil:						Kühlzeit:	20,00 s	
Soll	C	Düse	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Einzug	Werkzeugtemperatur:	30C
		160	150	150	150	30		

Dosieren:		v [mm/s]	150	150
	V [ccm]	0,0	25,0	
	p [bar]	40	40	

Einspritzgeschwindigkeiten:				
Q [ccm/s]	5,0	25,0	25,0	25,0
V [ccm]	0,0	8,0	12,0	

Einspritzdruck Spitzenwert: 170

Nachdruck:	
p [bar]	100 150 150
t [s]	20,00 19,50 0,00

Trocknung:	
Volumen A	25,0
Restvolumen A	7,4
Umschaltpunkt A	10,2
Füllzeit	0,87
Volumen B	0,01
Restvolumen B	0,00
Umschaltpunkt B	0,00
Füllzeit	0,00
Zykluszeit	44,07
Zyl. B Soll C	0 0 0 0

Allgemein USP1: ?????????????\* USP2: ?????????????\* USP3: ?????????????

M E Ü





Userpage 07:57:10 02.04.2012

RT60/B- NT20BN10 (Platten : 60x60x2mm)

Temperaturprofil:					Kühlzeit:	15,00 s
Soll	C	Düse	Zone 1	Zone 2	Zone 3	Einzug
		155	150	150	150	30
Dosieren:					Werkzeugtemperatur: 30C	
	v [mm/s]		150		Trocknung:	
	V [ccm]		0,0		Volumen A 25,0	
	p [bar]		40		Restvolumen A 6,9	
Einspritzgeschwindigkeiten:					Umschaltpunkt A 8,4	
	Q [ccm/s]		5,0		Füllzeit 0,50	
	V [ccm]		0,0		Volumen B 0,01	
Einspritzdruck					Restvolumen B 0,00	
Spitzenwert 386					Umschaltpunkt B 0,00	
Nachdruck:					Füllzeit 0,00	
	p [bar]		100		Zykluszeit 59,17	
	t [s]		20,00		Zyl. B Soll C 0 0 0 0	
			19,50			
			0,00			

Stückzahl: 1284  
Rest: -784  
Zykluszeiten: 104,42s  
Temperatur: Öl 37C, Schrank 29C  
A 30,7 ccm  
B 0,02 ccm

Allgemein USP1: ?????????????\* USP2: ?????????????\* USP3: ?????????????

M E N Ü

Anmerkung:

Folgende Rezepturen konnten nicht verspritzt werden (Verformungen, Material fließt zu stark):

RT601/... NTBN- Serie

#### 4.3.2.3. Pressen von Formkörpern

Die Pressparameter wurden analog den in Punkt 4.3.2.3. aufgeführten gewählt.

### 4.3.3. Versuchsergebnisse und Auswertung

#### 4.3.3.1. Wärmeleitfähigkeit

In der nachfolgenden Tabelle sind die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten der gespritzten und gepressten PCM- Composites bei den Temperaturen 20°C/30°C/40°C dargestellt.

a) Gespritzte Platten

Vers.-Nr.	Temperaturleitfähigkeit [mm <sup>2</sup> /s]			Wärmeleitfähigkeit [W/m*K]		
	20 °C	30 °C	40 °C	20 °C	30 °C	40 °C
<b>RT 60 - Serie</b>						
60/S-N10B10	0.390	0.243	0.251	0.871	0.939	0.795
60/S-N20B10	0.477	0.313	0.322	1.073	1.162	0.978
60/B-N10B10	0.353	0.211	0.222	0.764	0.801	0.698
60/B-N20B10	0.571	0.375	0.393	1.288	1.439	1.172
60/C-N10B10	0.310	0.196	0.197	0.708	0.784	0.652
60/C-N20B10	0.529	0.347	0.350	1.199	1.343	1.088
<b>RT 601- Serie</b>						
601/S-N20B10	0.534	0.346	0.351	1.207	1.335	1.085
601/S-N10B10	0.327	0.2	0.211	0.757	0.813	0.675
601/B-N20B10	0.593	0.403	0.423	1.335	1.509	1.148
601/B-N10B10	0.337	0.223	0.236	0.69	0.784	0.604
601/C-N20B10	0.5	0.329	0.351	1.106	1.278	0.958
601/C-N10B10	0.381	0.245	0.261	0.818	0.973	0.713

\* Material konnte nicht verspritzt werden (starke Verformung der Prüfkörper)

b) Gepresste Platten

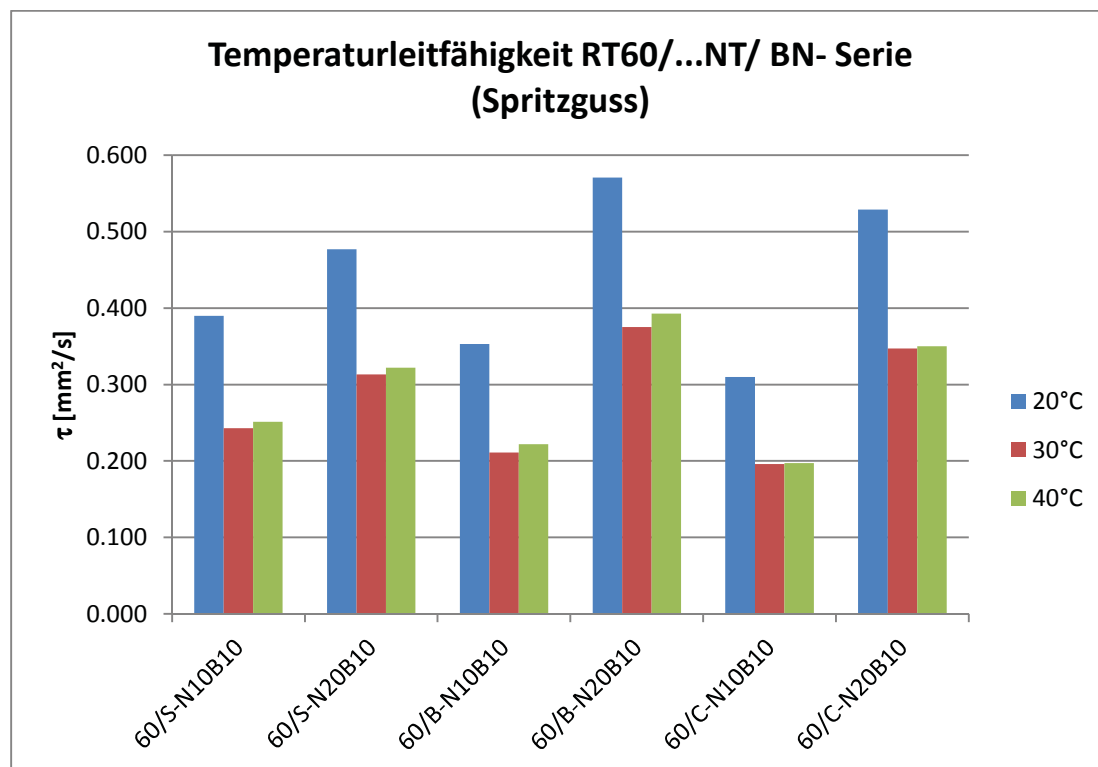
Vers.-Nr.	Temperaturleitfähigkeit [mm <sup>2</sup> /s]			Wärmeleitfähigkeit [W/m*K]		
	20 °C	30 °C	40 °C	20 °C	30 °C	40 °C
<b>RT 60 - Serie</b>						
RT60-00	0.106	0.070	0.063	0.242	0.244	0.202
60/S-N10B10	0.378	0.236	0.242	0.864	0.931	0.766
60/S-N20B10	0.469	0.325	0.344	0.968	1.136	0.973
60/B-N10B10	0.400	0.238	0.252	0.889	0.949	0.796
60/B-N20B10	0.436	0.293	0.313	0.908	1.110	0.883

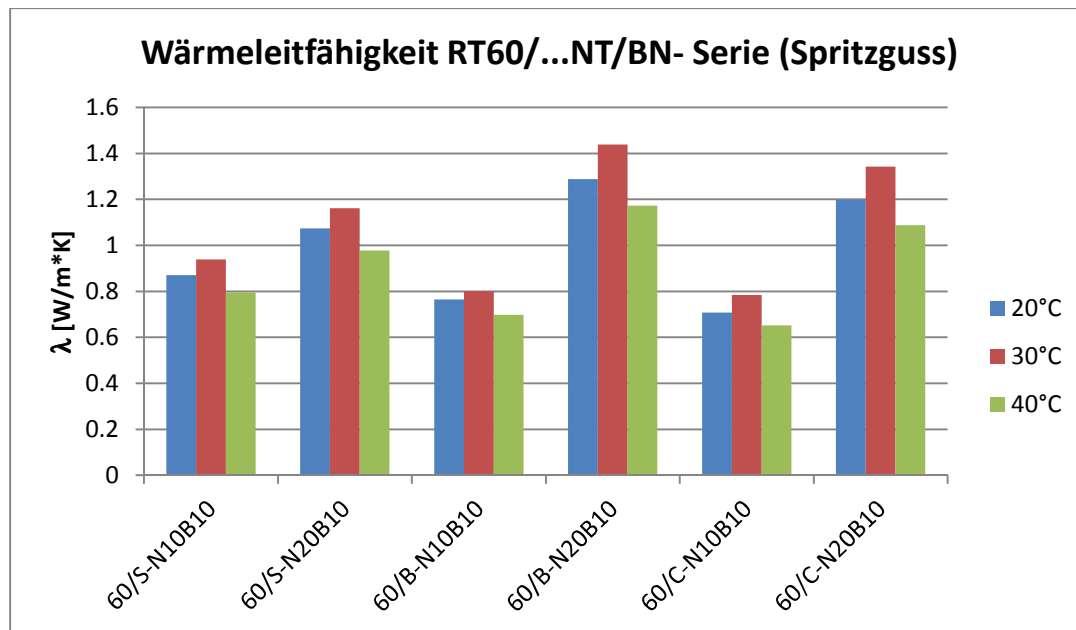
<b>60/C-N10B10</b>	0.344	0.219	0.220	0.759	0.836	0.696
<b>60/C-N20B10</b>	0.508	0.334	0.334	1.129	1.280	1.057
<b>RT 601 - Serie</b>						
<b>RT601- 00</b>	0.129	0.082	0.081	0.290	0.295	0.270
<b>601/S-N20B10</b>	0.532	0.346	0.352	1.201	1.32	1.08
<b>601/S-N10B10</b>	0.413	0.258	0.268	0.926	1.006	0.84
<b>601/B-N20B10</b>	0.608	0.412	0.446	1.287	1.479	1.175
<b>601/B-N10B10</b>	0.359	0.244	0.251	0.71	0.821	0.633
<b>601/C-N20B10</b>	0.516	0.337	0.365	1.128	1.302	0.996
<b>601/C-N10B10</b>	0.432	0.276	0.297	0.879	1.036	0.788

Anmerkungen zu den Tabellen:

- Messung der Proben in x- Richtung

#### RT60/...NT/BN- Serie





Die Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeit der spritzgegossenen Proben steigt bei allen Versuchseinstellungen mit der Füllstoffkonzentration an. Die höchsten Leitfähigkeiten werden bei dem Versuch RT60/B- N20B10 mit 20wt% MWCNT und 10wt% Bornitrid erreicht. Die Temperatur- bzw. Wärmeleitfähigkeit übertrifft damit die PCM- Compounds mit 30wt% Bornitrid. Als Ursache hierfür wird eine optimalere Dispergierung und Kompatibilität der Füllstoffe mit dem zyklischen Polyesteroligomer CBT100 angesehen. Für die Temperaturabhängigkeit der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit der Composites gilt das bereits Gesagte.

#### 4.4.3.2. DSC- Messungen

Mit diesen Untersuchungen wurde das thermische Verhalten der PCM- Verbunde untersucht. Neben der Bestimmung der Umwandlungsenthalpien wurden auch die Temperaturen der Schmelz- und Kristallisationspeaks bestimmt, die einen Rückschluss auf das Unterkühlungsverhalten des verwendeten PCM's zulassen.

Die nachfolgende Tabelle enthält die gemessenen Daten:

	1.Lauf (Aufheizung)				1.Lauf (Abkühlung)				2.Lauf (Aufheizung)				2.Lauf (Abkühlung)			
	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
<b>60-00</b>	31.2	16.2	51.0	88.0	26.9	14.4	44.5	91.4	31.7	19.7	50.5	85.5	27.2	12.8	44.6	93.3
<b>60/S-N10B10</b>	30.5	10	51.2	76	26.6	9	45.1	74.7	30.9	12.2	51.9	75.5	27.2	9.5	45.4	74.4
<b>60/S-N20B10</b>	31.1	9.2	52.1	75.9	26.1	5.4	43.8	70	30	8	51.3	73.7	26.5	5.5	45.2	72.1
<b>60/B-N10B10</b>	30.5	16.5	51.7	83.9	25.5	9	44.2	82.3	30.5	14.9	52	82.4	26.3	10	44.3	84.5
<b>60/B-N20B10</b>	30.6	11.7	50.8	76.1	26.6	7.6	45.1	80.5	30.3	11.4	51.5	82.3	26.6	8.5	45	80.9
<b>60/C-N10B10</b>	30.3	13.9	51.4	72.8	26.2	8.6	44.7	74	30.3	13.4	51.4	77.9	26.2	9	44.5	79.6
<b>60/C-N20B10</b>	31	10.4	51.2	71	27.6	9.8	44.9	69.9	30.2	8.8	51.1	70.2	27	7.6	44.3	71.4

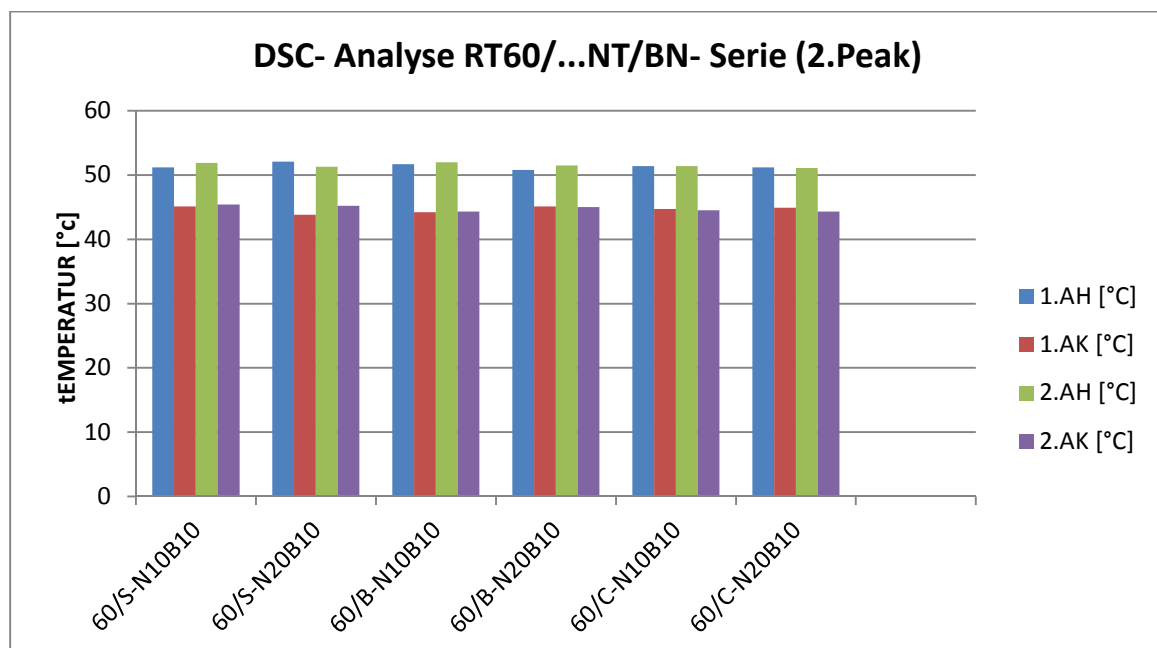
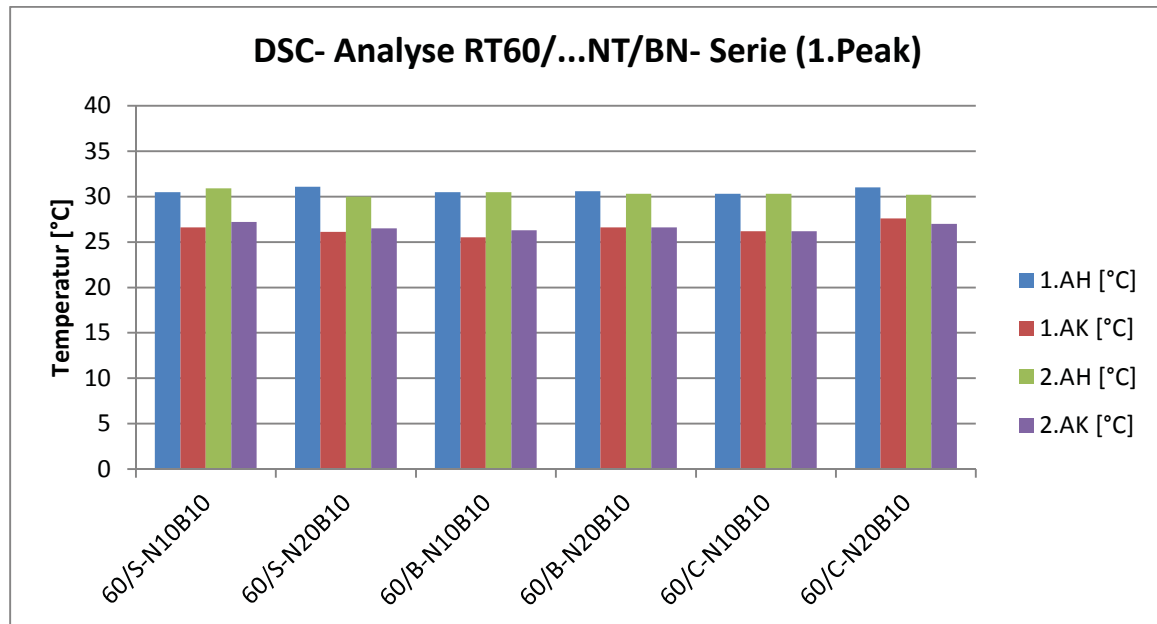
# RT601/... NT/BN- Serie

Vers.- Nr.	1.Lauf (Aufheizung)				1.Lauf (Abkühlung)				2.Lauf (Aufheizung)				2.Lauf (Abkühlung)			
	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]	[°C]	[J/G]
<b>601-00</b>	32.0	9.2	51.1	72.0	26.7	10.1	44.8	77.6	30.9	11.5	51.2	72.0	26.8	12.1	44.9	80.2
<b>601/S- N20B10</b>	30.7	9.7	51.8	72.6	27.2	7.4	46.9	73.9	31.0	9.2	51.7	73.7	27.5	7.1	46.9	74.1
<b>601/S- N10B10</b>	30.8	10.5	52.0	61.1	26.8	6.5	45.8	61.2	30.5	8.6	51.8	63.6	27.6	5.5	45.8	63.5
<b>601/B- N20B10</b>	31.2	xxxxx	52.7	91.6	26.9	9.8	46.1	95.5	30.9	10.8	52.8	93.7	27.0	9.5	46.1	95.2
<b>601/B- N10B10</b>	30.9	11.5	52.2	81.4	26.5	9.5	45.8	87.3	30.7	10.0	51.9	87.7	26.6	9.5	45.8	89.0
<b>601/C- N20B10</b>	30.4	9.8	51.8	83.9	27.0	7.0	46.1	86.1	30.6	9.6	51.9	84.3	26.9	6.8	45.7	85.3
<b>601/C- N10B10</b>	30.3	13.6	52.2	91.4	26.3	7.8	44.6	89.0	29.8	12.7	51.9	92.6	26.4	7.4	45.9	91.5

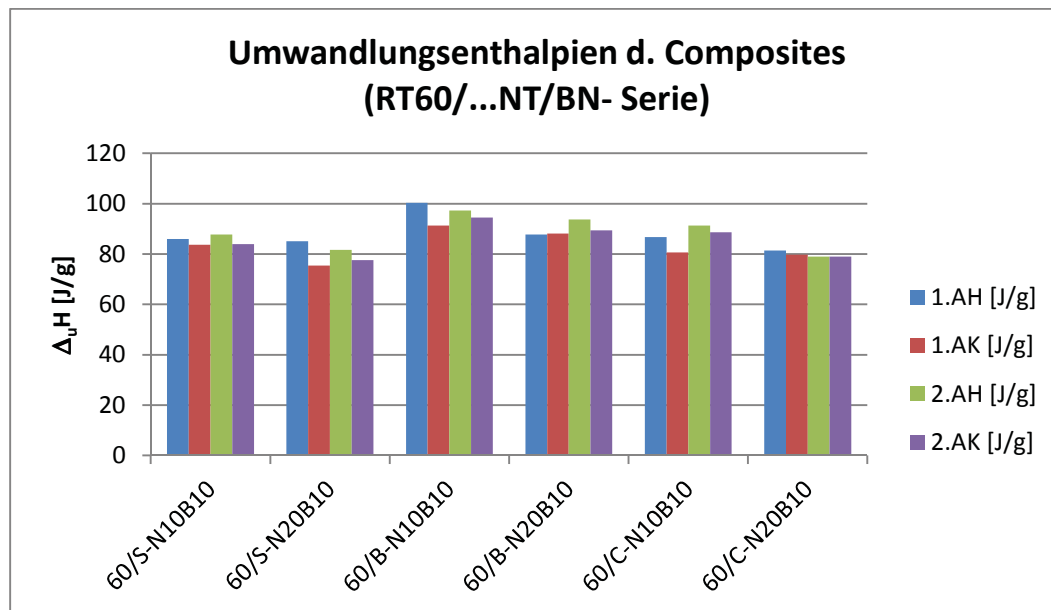


### RT60/...NT/BN- Serie

Die Temperaturkurven der DSC- Analyse der PCM- Composites zeigen wiederum bei allen Durchläufen zwei Peaks. Der 1.Peak liegt bei ca. 30 °C und der 2.Peak bei ca. 52 °C. An Hand der Lage beider Peaks ist eine Unterkühlung von ca. 3 °C bis 7 °C zu erkennen. In den nachfolgenden Abbildungen sind die Temperaturpeaks der 1.Aufheizung/1.Abkühlung sowie der 2.Aufheizung/2.Abkühlung dargestellt.

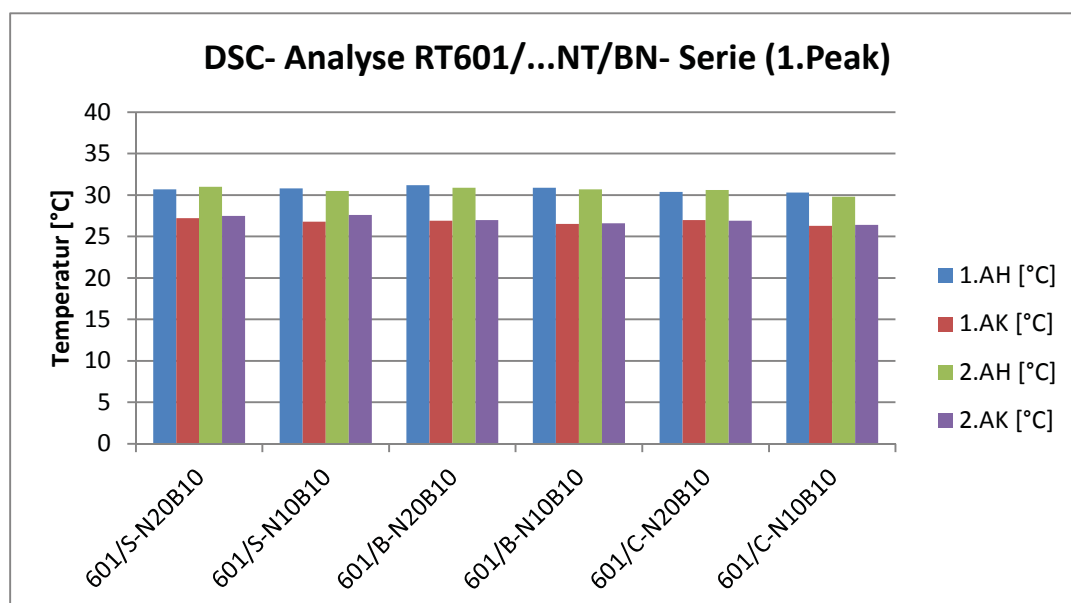


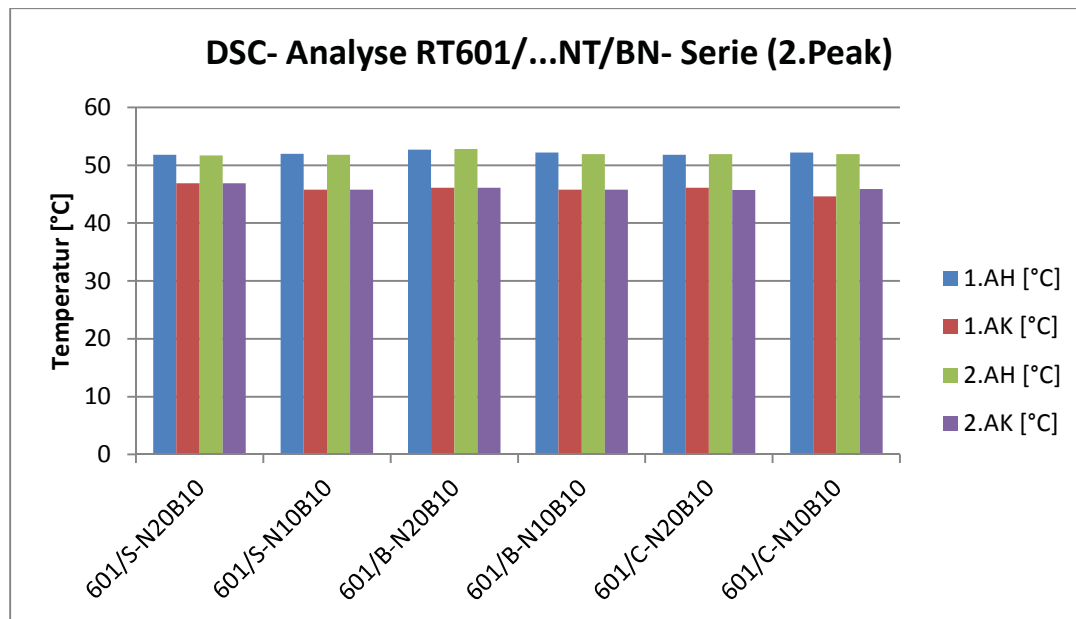
Die Umwandlungsenthalpien liegen unter dem theoretisch möglichen Wert von ca. 104 J/g. Die geringste Abweichung von ca. 4-5% ist beim Versuch RT60/B- N10B10 zu erkennen. Dieser Composite enthält das zyklische Polyesterpolymer, welches bei dieser Rezepturvariante eine wahrscheinlich die Dispergiertgüte der Additive verbessert. Bei den anderen Versuchen liegt die Abweichung bei ca. 15% des theoretischen Wertes. In der folgenden Graphik sind die Umwandlungsenthalpien dargestellt.



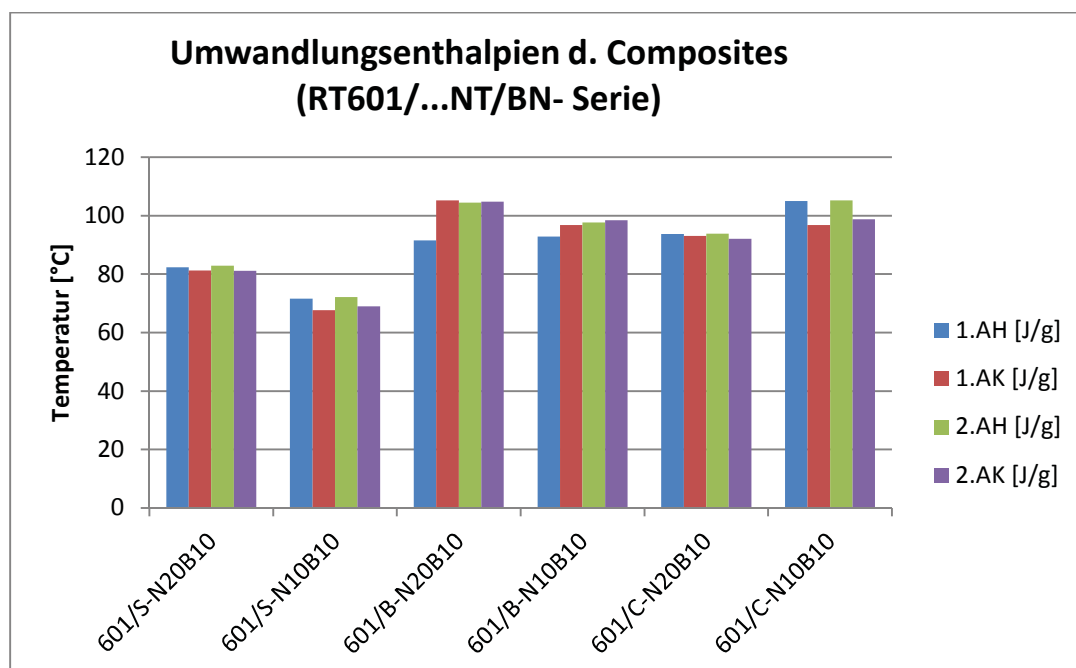
### RT601/...NT/BN- Serie

Zur Lage und Anzahl der Temperaturpeaks treffen o.g. Aussagen zu den RT60/...NT/BN- Versuchsreihen analog zu.





Die Schmelz- bzw. Kristallisationsenthalpien der Versuche RT601/S... weichen hier ähnlich stark gegenüber den theoretischen Wert nach unten ab. Die geringste Abweichung ist beim Composite RT601/B...N20B10, welches das CBT100, 20wt%MWCNT und 10wt% Bornitrid enthält, zu verzeichnen. Hier ist die Dispergierung im Verbundmaterial optimaler. In der nachfolgenden Graphik sind die Enthalpien dargestellt.



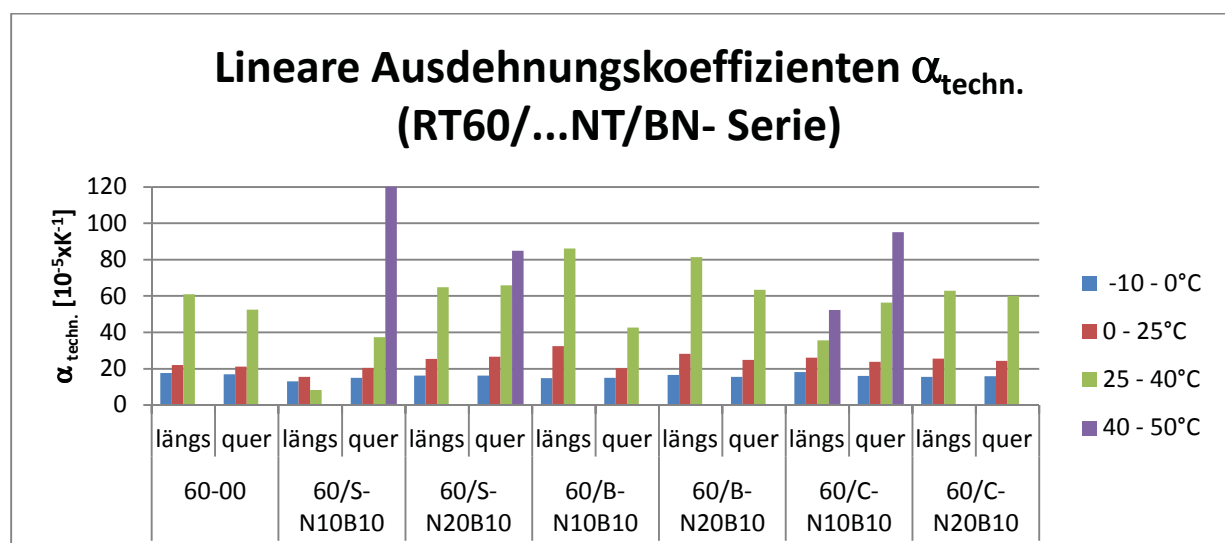
#### 4.3.3.3. Thermisch- mechanische Analyse

Diese Untersuchungen sollten einen Aufschluss über das Ausdehnungsverhalten der Verbundmaterialien bis zum Arbeitspunkt des PCM geben. Es wurde der Längenausdehnungskoeffizient  $\alpha_{\text{techn.}}$  in 2 Raumrichtungen bestimmt. Der Koeffizient  $\alpha_{\text{techn.}}$  wurde an gespritzten Prüfkörpern bestimmt. Die nachfolgende Tabelle enthält die Messergebnisse.

##### RT60/... NT/BN- Serie

Vers.-Nr.	Richtung	Temp.- Bereich			
		-10 - 0°C	0 - 25°C	25 - 40°C	40 - 50°C
		[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]	[x10 <sup>5</sup> K <sup>-1</sup> ]
60-00	längs	17.709	22.064	61.017	*
60/S-N10B10	längs	13.085	15.489	8.395	*
	quer	15.089	20.504	37.395	120.128
60/S-N20B10	längs	16.241	25.332	64.843	*
	quer	16.230	26.719	65.886	84.941
60/B-N10B10	längs	14.837	32.368	86.084	*
	quer	15.075	20.320	42.710	*
60/B-N20B10	längs	16.674	28.296	81.422	*
	quer	15.593	24.931	63.371	*
60/C-N10B10	längs	18.123	26.046	35.559	52.353
	quer	16.142	23.854	56.378	95.085
60/C-N20B10	längs	15.579	25.526	62.867	*
	quer	15.827	24.366	60.142	*
60/S-N10B10	längs	13.085	15.489	8.395	*

\* Prüfkörper verformen sich

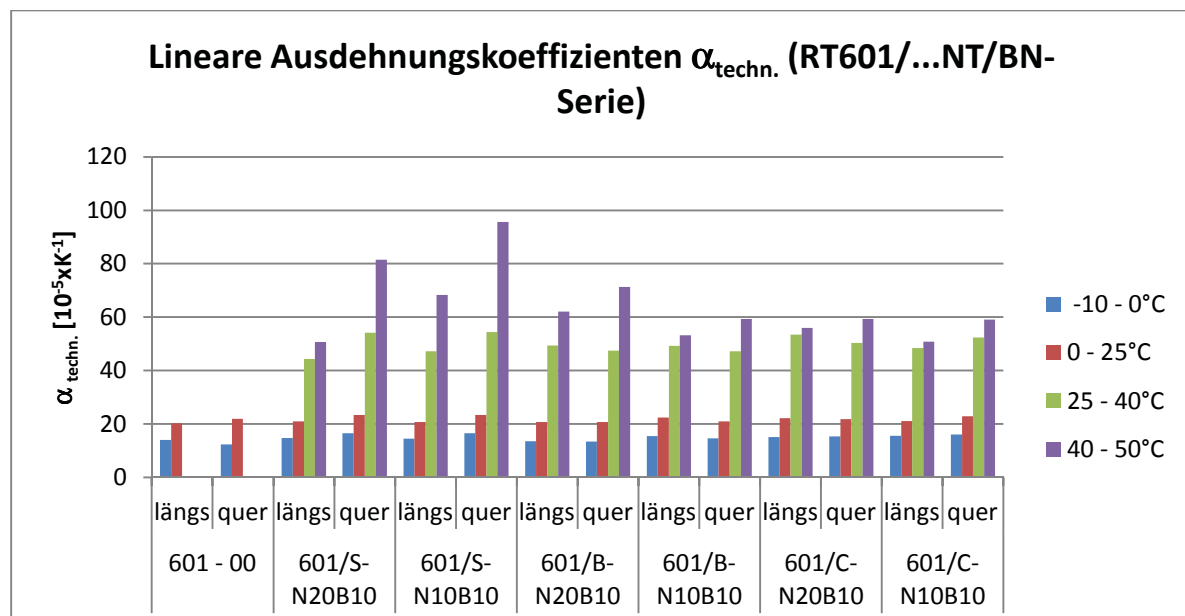


Die linearen Ausdehnungskoeffizienten steigen erwartungsgemäß mit der Temperatur an. In den Schmelzbereichen der Compounds sind die Verläufe von  $\alpha_{\text{techn.}}$  teilweise unstetig, da sich Probekörper verformen. Die Differenzen zwischen den einzelnen Versuchsvarianten sind gering, ebenso die Messwerte der Proben in Längs- und Querrichtung. Eine Abhängigkeit vom Füllstoffgehalt MWCNT/BN wurde nicht festgestellt.

### RT601/... NT/BN- Serie

Vers.-Nr.	Richtung	Temp.- Bereich			
		-10 - 0°C	0 - 25°C	25 - 40°C	40 - 50°C
		[ $\times 10^5 \text{ K}^{-1}$ ]	[ $\times 10^5 \text{ K}^{-1}$ ]	[ $\times 10^5 \text{ K}^{-1}$ ]	[ $\times 10^5 \text{ K}^{-1}$ ]
601 - 00	längs	14.098	20.345	*	*
	quer	12.344	21.980	*	*
601/S-N20B10	quer	14.833	21.008	44.349	50.73
	längs	16.531	23.427	54.126	81.441
601/S-N20B10	quer	14.595	20.744	47.232	68.324
	längs	16.599	23.440	54.376	95.577
601/B-N20B10	quer	13.627	20.800	49.434	62.068
	längs	13.512	20.793	47.421	71.363
601/B-N10B10	quer	15.440	22.458	49.248	53.236
	längs	14.671	21.024	47.285	59.380
601/C-N20B10	quer	15.182	22.208	53.523	55.974
	längs	15.432	21.804	50.293	59.313
601/C-N10B10	quer	15.570	21.092	48.388	50.825
	längs	16.053	22.974	52.337	59.101

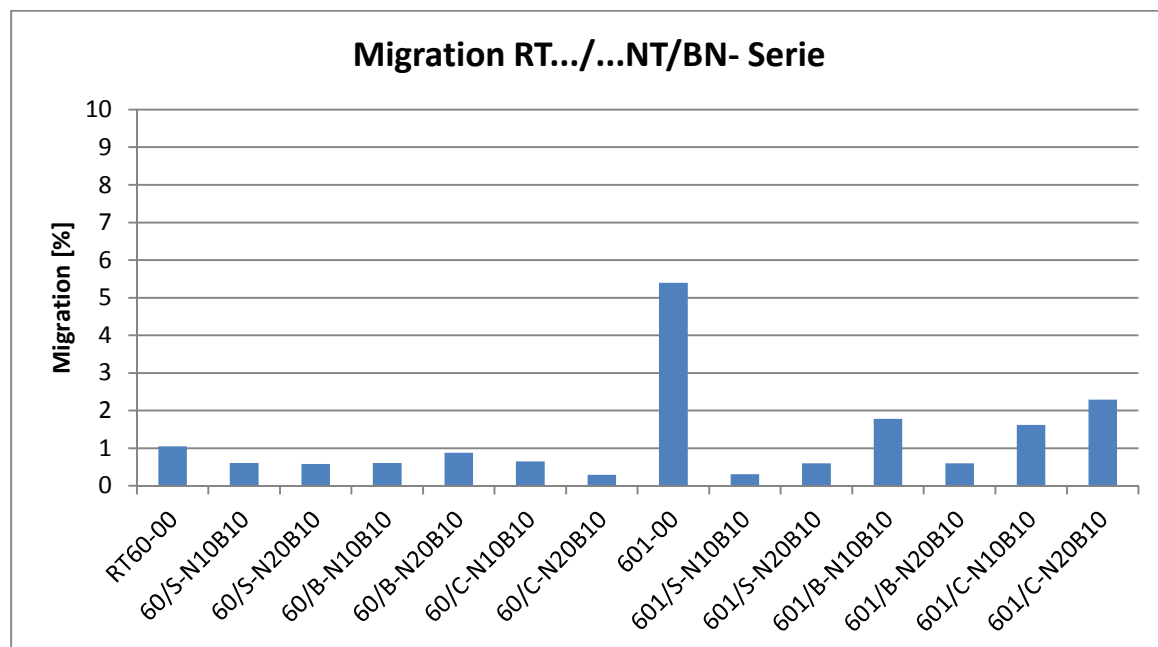
\* Prüfkörper teilweise verformt



Für diese Versuchsreihen treffen die gemachten Aussagen zur Temperaturabhängigkeit ebenfalls zu. Da atechn. in beiden Richtungen nahezu gleiche Werte aufweist, ist von einem isotropen Verhalten der Composites auszugehen.

#### 4.3.3.4. Migrationsverhalten

Das Migrations- bzw. Ausschwitzverhalten wurde an Hand des Gewichtsverlustes nach 28 Stunden Lagerung von gespritzten Isonormstäben ermittelt. Die Lagertemperatur betrug einheitlich 90 °C. In der folgenden Grafik sind die prozentualen Gewichtsverluste dargestellt.



Die migrierten Mengen an Paraffin RT52 sind bei der Versuchsreihe RT60... durchschnittlich am geringsten. Der Wert ist auch niedriger als die Versuchsreihe mit Bornitrid. Als Ursache hierfür werden zwei Effekte angesehen, zum einen die käfigartige Struktur des Matrixpolymeren PMMA und zum anderen die Hohlräume der Carbonnanotubes, die ein Herausdiffundieren von Paraffin aus dem Composite erschweren.

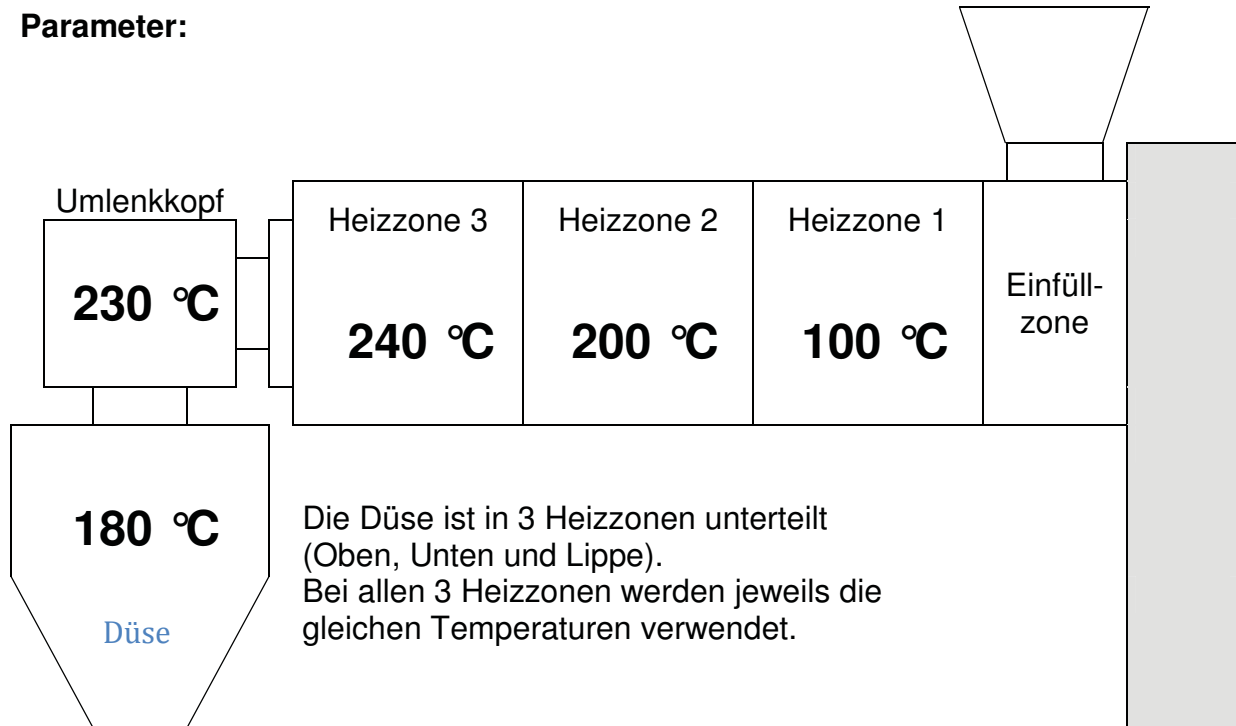
## 5. Versuche zur Herstellung von Flachfolien

Von ausgewählten Rezepturvarianten der mit Carbonnanotubes (MWCNT) bzw. Bornitrid gefüllten Composites wurden Versuche zur Herstellung von Flach- bzw. Gießfolien durchgeführt.



Die Versuche wurden auf dem Göttfert-Extrusimeter MP20, bestehend aus Einschneckenextruder mit kernprogressiver Dreizonenschnecke und Schermischteil in Heizzone 3, Breitschlitzdüse, einer Chill-Rolle und eine Wickeleinrichtung durchgeführt. Nachfolgend sind die Parameter für die Folienextrusion dargestellt:

**Parameter:**



Breitschlitzdüse:	200	mm
Drehzahl Schnecke:	150	min <sup>-1</sup>
Geschwindigkeit der Abzugswalzen:	0,6	m/min
Temperatur der Abzugswalzen:	20	°C
Folienstärke	500	µm
Stickstoffbeschleierung der Einfüllzone:	<input type="checkbox"/> JA	<input checked="" type="checkbox"/> NEIN

**RT60/...NT- Reihe**

Die Herstellung von Castfolien gelang lediglich mit den Compounds mit 20wt% Carbonnanotubes (MWCNT). Es wurden Folien mit einer Stärke von ca. 300µm bis ca. 500µm extrudiert. Auf Grund der sehr geringen Reißfestigkeit war ein stabiler Lauf der Folienanlage nicht möglich, so dass größtenteils nur Folienstücken hergestellt werden konnten. An den Folien wurden die mechanischen Eigenschaften

untersucht. Im Zugversuch wurde die Reißfestigkeit und im Weiterreißversuch der Weiterreißwiderstand ermittelt. Die nachfolgende Tabelle enthält die Prüfergebnisse.

Vers.-Nr.	Dicke [μm]	ZF [MPa]	Dehnung [%]	Bruch-Spannung [MPa]	Bruch-Dehnung [%]	Dicke [μm]	Maximal-Kraft [N]	WR-Widerstand [N/mm]
RT60-00	440	1,99	262,9	1,61	309,8	450	19,2	42,9
RT60/S-NT20/2	266	2,56	1,62	1,66	2,34	414	20,8	46,1
RT60/C-NT20/2	318	2,71	4,59	0,96	12,55	308	18,5	40,2
RT60/B-NT20/2	316	2,99	6,38	0,70	22,04	368	17,3	38,0

#### Bedingungen:

-Normklima 23 °C/50rH

- Prüfgeschwindigkeit: 50 mm/min

Gegenüber der ungefüllten Probe erhöht sich die Zugfestigkeit der mit Carbonnanotubes additvierten Composites geringfügig. Die Dehnung fällt jedoch erwartungsgemäß bei gefüllten Proben ab im Vergleich zum Versuch RT60- 00.

Die Weiterreißwiderstände der Composites liegen im Bereich der Nullprobe.

#### **RT60/...BN- Reihe**

Von 2 Rezepturen konnten Gießfolien mit einer Stärke von ca. 500μm extrudiert werden. Bei allen anderen Rezepturen war ein stabiler Lauf der Anlage nicht gegeben, so dass keine Folien hergestellt werden konnten. An den Folien wurden die mechanischen Eigenschaften untersucht. Im Zugversuch wurde die Reißfestigkeit und im Weiterreißversuch der Weiterreißwiderstand ermittelt. Die nachfolgende Tabelle enthält die Prüfergebnisse.

Vers.-Nr.		Dicke [μm]	ZF [MPa]	Dehnung [%]	Bruch-Spannung [MPa]	Bruch-Dehnung [%]	Dicke [μm]	Maximal-Kraft [N]	WR-Widerstand [N/mm]
RT60-00	I	440	1,99	262,9	1,61	309,8	450	19,2	42,9
	qu	380	1,92	140,7	1,24	213,2	438	18,7	46,0

<b>RT60/S-BN20</b>	l	492	2,47	380,0	2,11	587,5	540	27,0	49,9
	qu	526	2,41	5,33	1,58	433,2	460	24,5	53,5
<b>RT60/B-BN20</b>	l	448	3,06	126,9	1,43	261,1	454	22,2	48,9
	qu	450	2,91	6,05	1,68	414,6	510	25,4	49,8

#### Bedingungen:

- Normklima 23 °C/50rH

- Prüfgeschwindigkeit: 50 mm/min

l ... in Maschinenrichtung

qu ... quer z. Maschinenrichtung

Gegenüber der ungefüllten Probe RT60-00 erhöht sich die Zugfestigkeit der mit Bornitrid gefüllten Composites geringfügig. Die Dehnung fällt jedoch erwartungsgemäß bei gefüllten Proben ab, wobei der Wert quer zur Maschinenrichtung sehr stark abfällt.

Die Weiterreißwiderstände der Composites liegen geringfügig höher als die der ungefüllten Nullprobe.

## **6. Untersuchungen des Ein- und Ausspeicherverhaltens (Thermobox)**

Mit Hilfe einer Thermobox wurden an ausgewählten PCM- Composites Versuche zum Ein- und Ausspeicherverhalten von Wärmeenergie durchgeführt. Zielstellung war die Bestimmung der Be- und Entladungszeiten der PCM- Materialien. Es sollte überprüft werden, ob die gemessenen  $\lambda$ - Werte der Composites die Energieein- und Ausspeicherung korrelieren.

### **6.1. Versuchsdurchführung**

Es wurde jeweils für die Versuche 250g PCM- Versuchsgranulat in ein Siebkorb als lose Schüttung eingefüllt. Die Schüttdichten der Granulate lagen konstant bei 480 bis 520 g/l. Der Siebkorb wurde in die Thermobox gestellt und 100l/h Luft (Temperatur 90 °C) durch die Granulatschüttung geleitet. Nach einer konstanten Heizzeit wurde auf Kühlung umgestellt und Luft mit einer Temperatur von 25 °C durchgeleitet bis unter die Phasenwechseltemperatur des Paraffins. Die Temperatur/Zeitdiagramme wurden mit einem Datenlogger mit entsprechender Software registriert und ausgewertet.

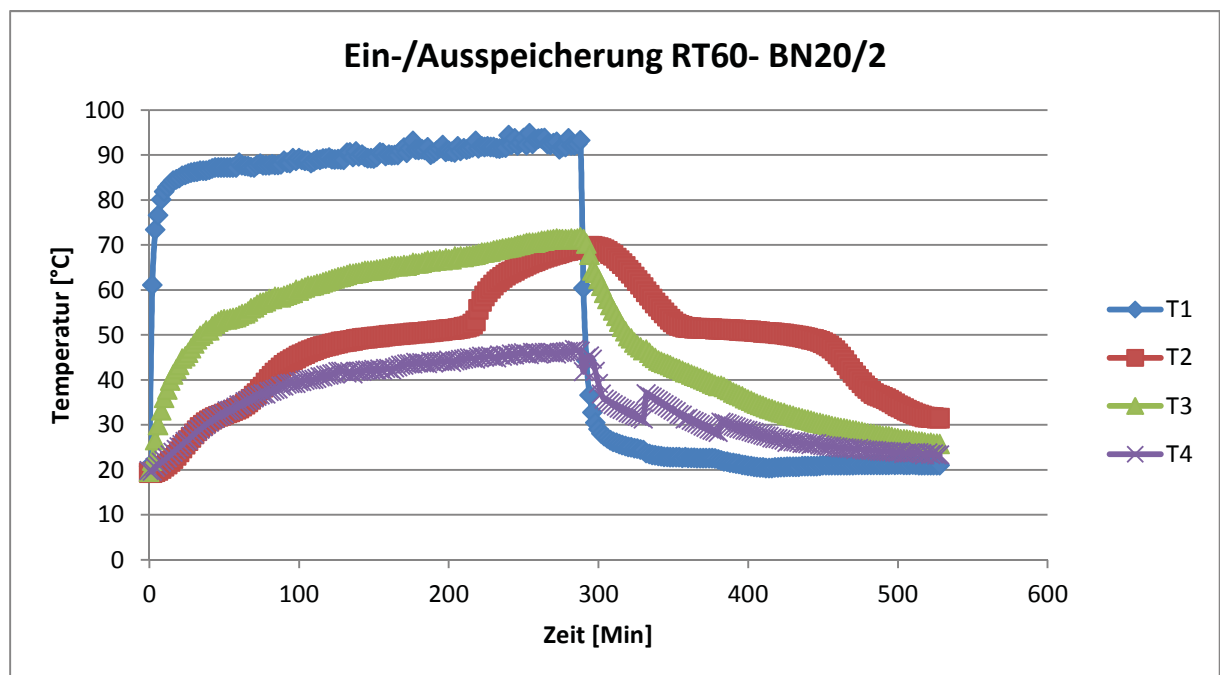
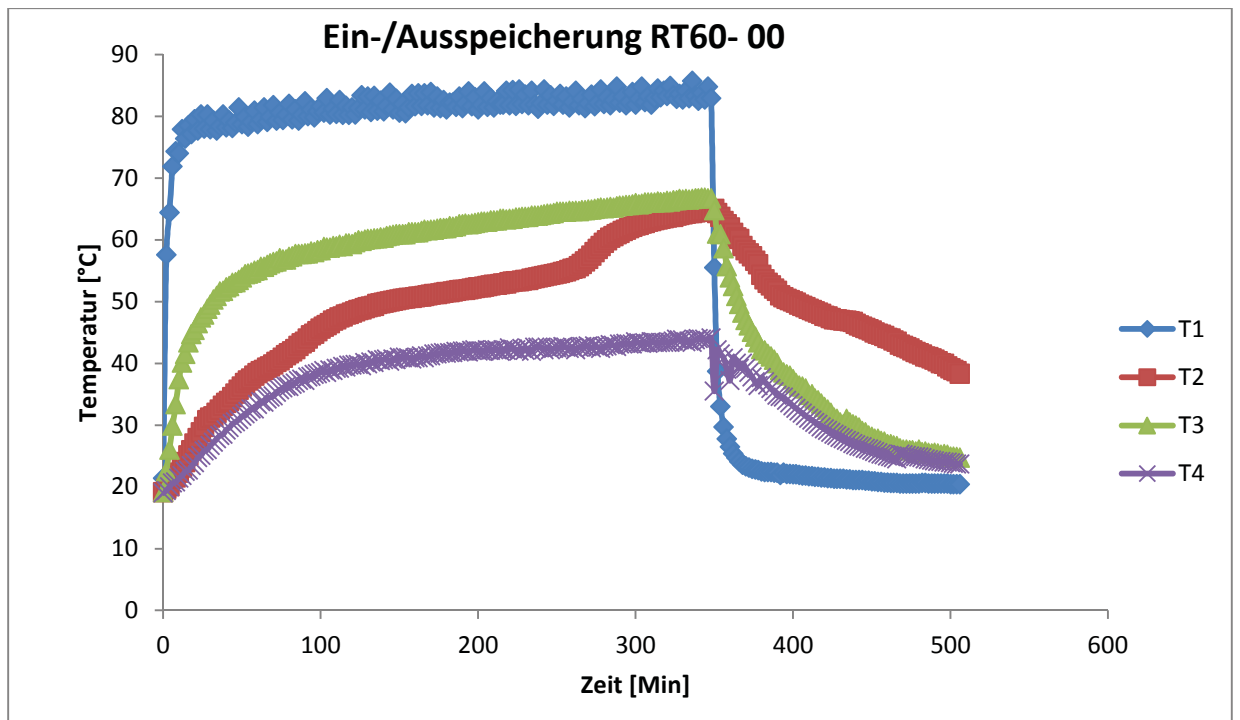
## 6.2. Versuchsauswertung

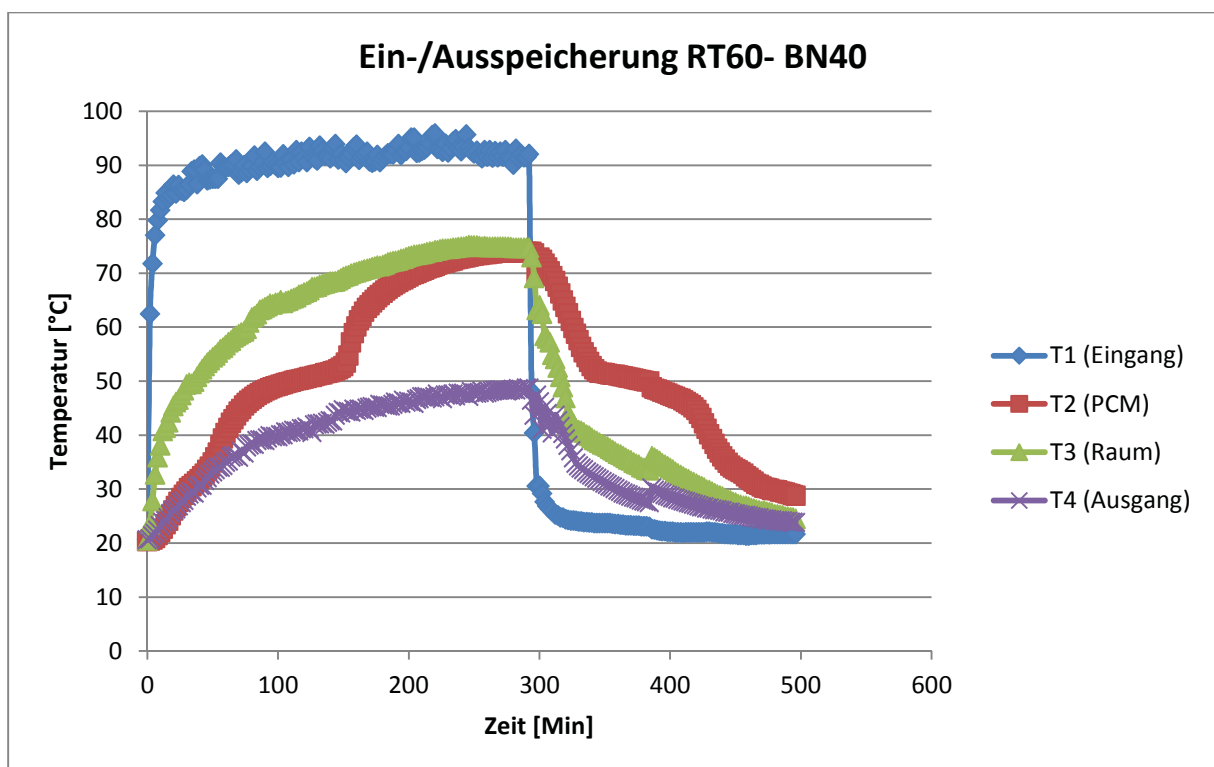
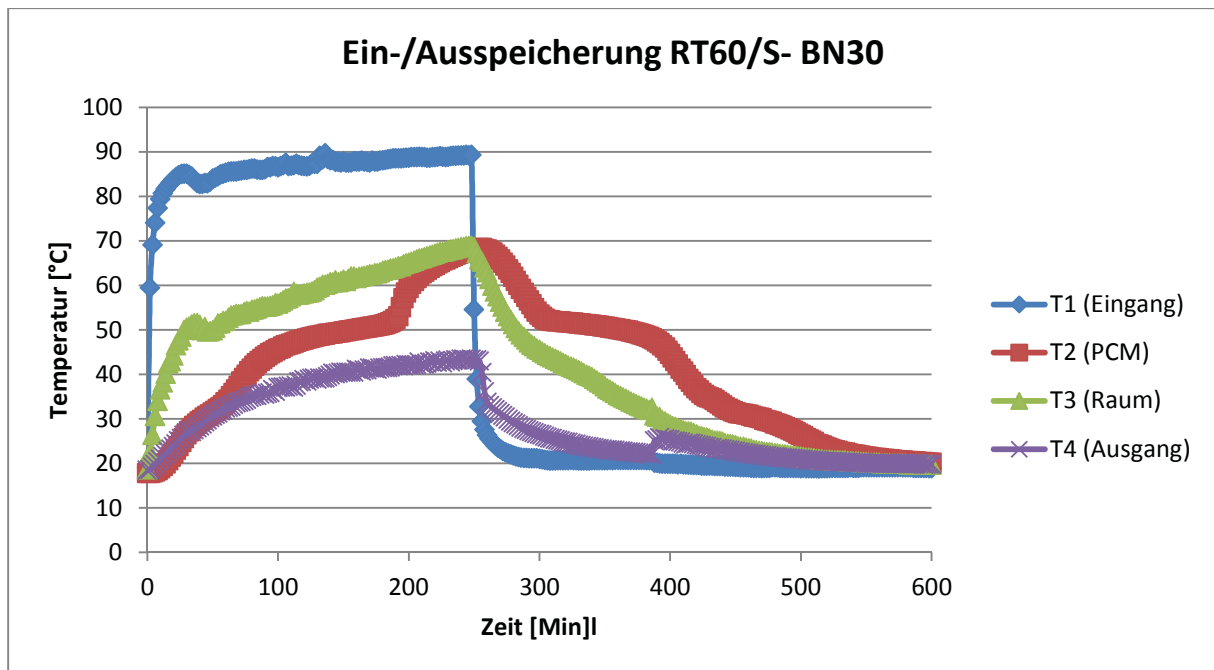
Zur Auswertung der Be- und Entladezeit wurde die Zeit des Phasenwechsels gemessen. Dies entspricht dem Bereich, in dem die Temperaturkurve T2 annähernd einen Anstieg von null hat. Die nachfolgende Tabelle enthält die Versuchsergebnisse der ausgewählten Compounds.

<b>Vers.-Nr.</b>	<b><math>\lambda</math> (30 °C)</b>  <b>[W/m*K]</b>	<b>Temp.bereich</b> <b>Phasenwechsel</b> <b>(Aufheizen)</b>  <b>[°C]</b>	<b>Zeit im</b> <b>Phasenwechsel</b>  <b>[Min]</b>
<b>RT60-00</b>	0.257	40.6 – 55.0	140
<b>RT60/S- BN20</b>	0.472	40.1 – 53.1	138
<b>RT60/S- BN30</b>	0.915	40.9 – 53.2	106
<b>RT60/S- N20B10</b>	1.162	41.2 – 55.1	112
<b>RT60/S- BN40</b>	1.129	40.4 – 54.8	94
<b>RT60/C- BN40</b>	1.090	40.6 – 54.3	92
<b>RT60/B- BN40</b>	1.182	40.3 – 54.0	102

Der zeitliche Verlauf der Einspeicherung korreliert gut mit den gemessenen Wärmeleitfähigkeiten der PCM- Composites. Die Differenzen resultieren möglicherweise aus geringen Unterschieden im Wärmeübergang in der Granulat Schüttung.

Die folgenden Graphen zeigen die Temperaturverläufe in der Thermobox.







## 7. Testung der Verbundmaterialien am Solarthermie- Laborversuchsstand

Die Versuche wurden auf den weiter oben beschriebenen Laborstand im Zeitraum März 2012 und Februar 2013 durchgeführt.

### 7.1. Versuchsdurchführung

In die Siebkörbe des PCM- Speicherbehälters wurde das Versuchsgranulat als lose Schüttung eingebracht. Über die mit Röhrenkollektoren ausgerüstete Solaranlage wurde ein Pufferspeicher gespeist. Das vorgeheizte Wasser wurde zum Laden des PCM- Speichers verwendet. Entladen wurde der PCM- Speicher über eine Klimaanlage. Die Apparate- und Regelungstechnik entspricht den aktuellen Stand der Technik in kommerziell verfügbaren Anlagen.

### 7.2. Verwendete Materialien

Für die Versuche wurde das Paraffin RT42 verwendet, um die Anzahl der Zyklen zu verkürzen.

PCM- Composites:

- PK42 (Nullprobe ohne Additive)

-RT42/ S- BN30

Rezeptur: RT 42: 60 wt%

Septon 4055: 5 wt%

PMMA 7N : 5 wt%

BN (Boronid S12): 30 wt%

:

<i>Materialkennwerte und Versuchsbedingungen</i>		
	PK 42	RT42/S- BN30
Füllmenge [kg]	90	100
Speicherkapazität [KJ/Kg]	110	86
$\lambda$ [W/m*K]	0,257	0,725

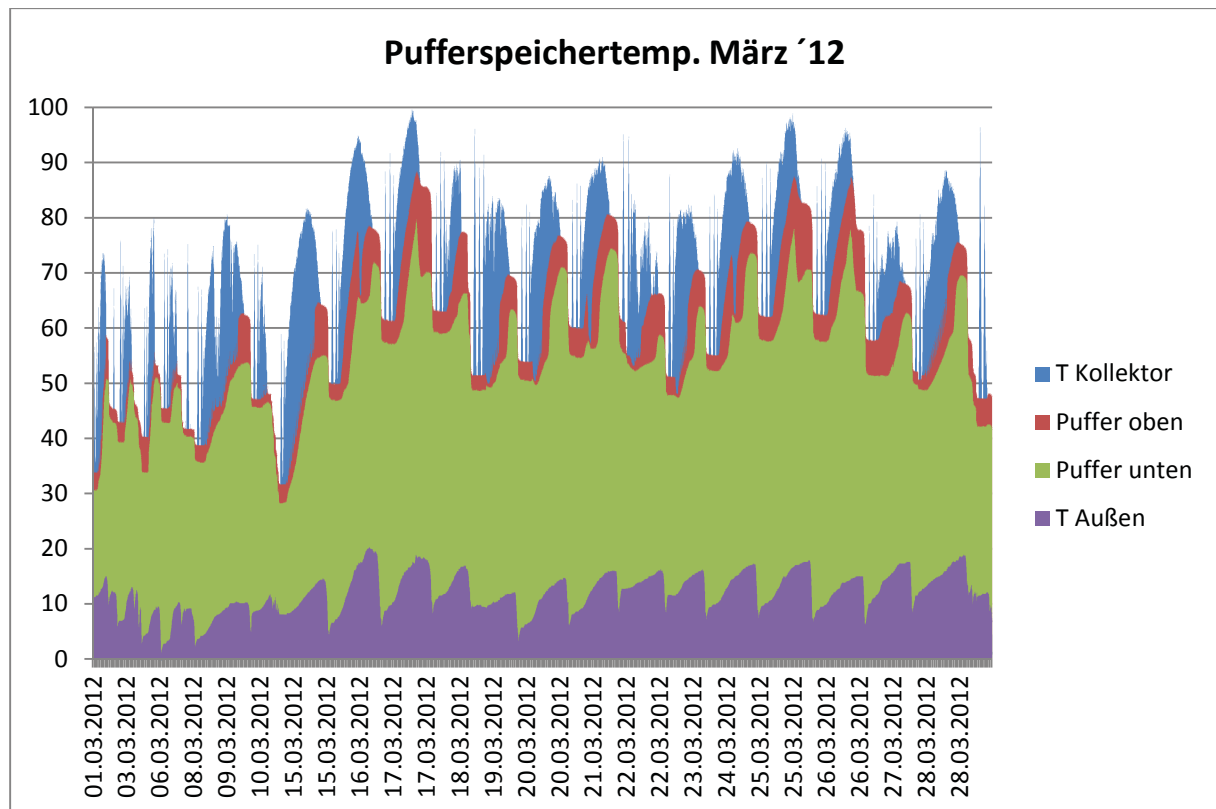
<i>Sollwerteinstellung PCM- Speicher</i>	
Volumenstrom [l/h]	560
Beladen bis T(unten):	43 °C
Entladen bis T (unten):	35 °C

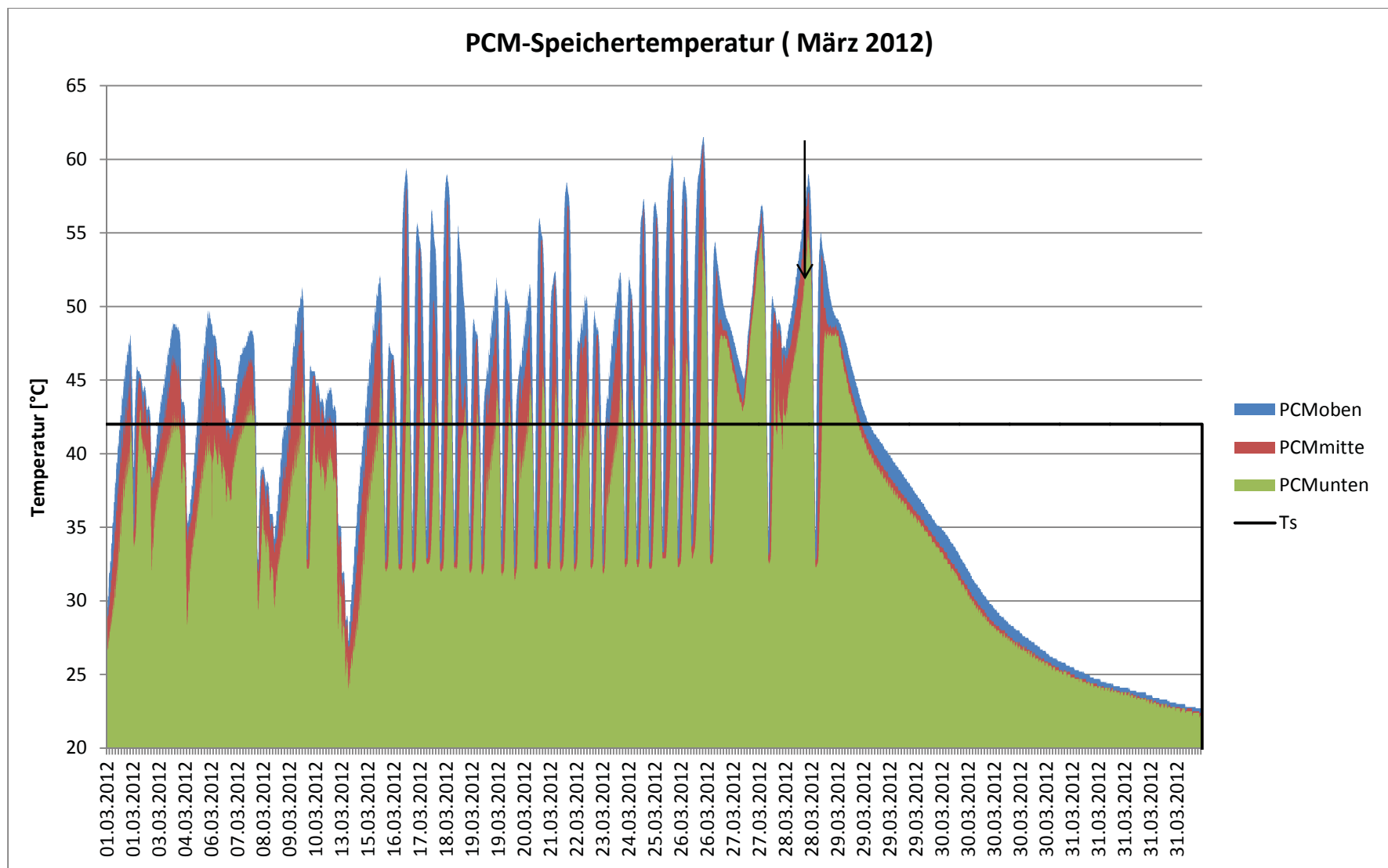


Abb.: PCM- Speicher mit Temperaturmessstellen, Wasserein- und Ausgang

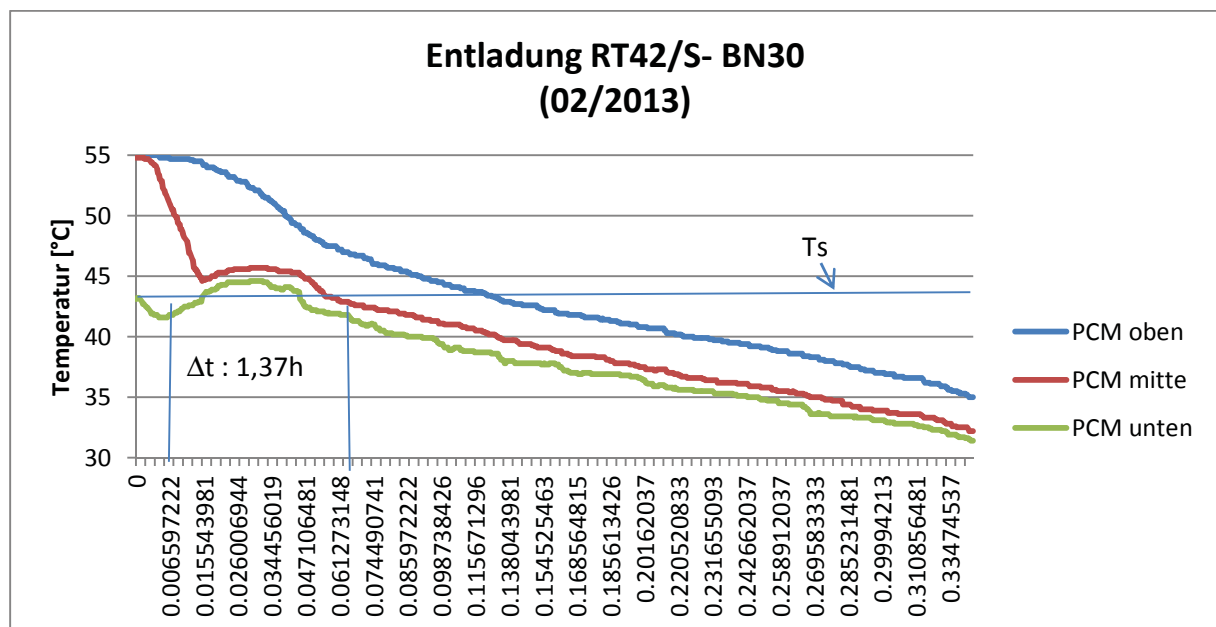
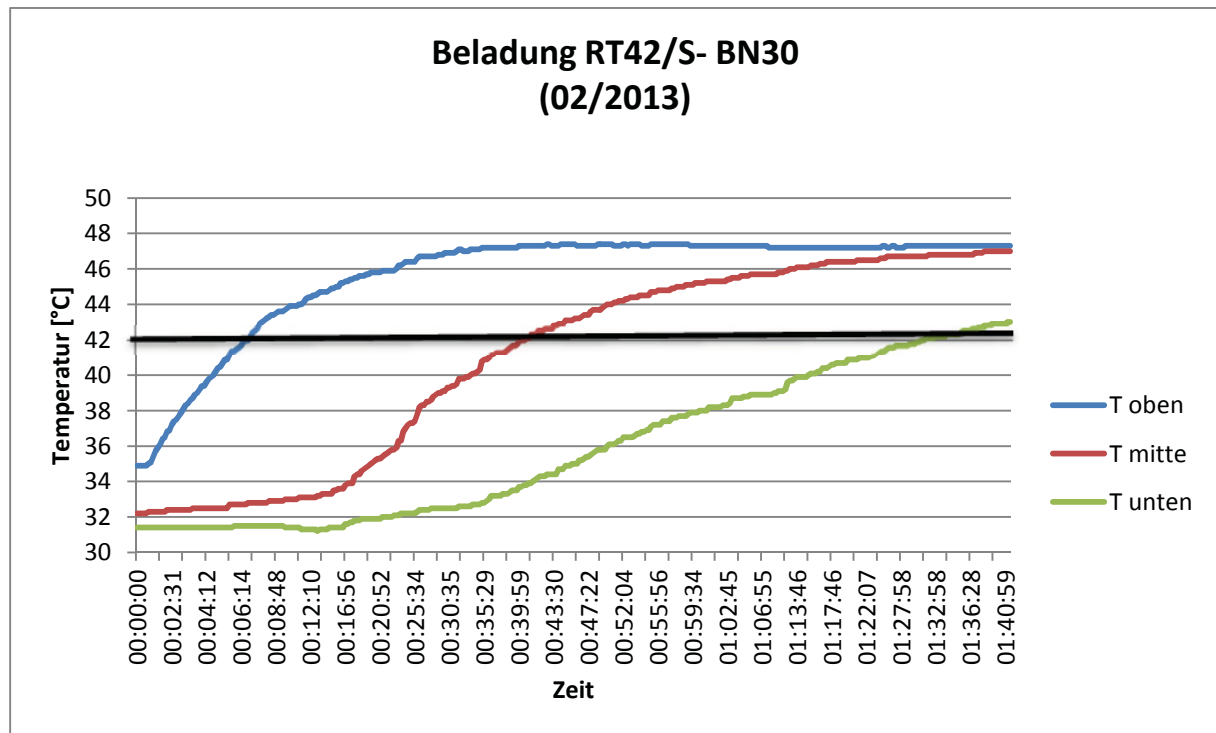
### 7.3. Versuchsauswertung

Die relevanten Daten, Temperatur, Volumenstrom, Wärmemengen wurden mittels der installierten Messtechnik registriert und verarbeitet. Die nachfolgenden Abbildungen zeigen die zeitlichen Temperaturverläufe im März 2012 für den Puffer- bzw. PCM- Speicher.





Die nachfolgenden Graphen zeigen den Temperaturverlauf der Be- und Entladung des PCM- Speichers, der mit dem Versuchsprodukt RT42/S- BN30 gefüllt ist.



Im gekennzeichneten Zeitintervall wurde die Entladung ausgewertet. Die Ausspeicherzeit ist vergleichbar mit den Ergebnissen der Thermobox.

Zur Sicherung der Versuchsergebnisse sind mit dieser Anlage Tests über längere Zeiträume erforderlich. Des Weiteren muss die Auswertesoftware vervollkommen werden.

### **III. Bewertung der erzielten Ergebnisse in Gegenüberstellung mit den Zielsetzungen des Antrages, Bezugnahme auf die Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit, Bezugnahme auf die wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises**

Die Zielsetzungen des Antrages zur Verbesserung der Effizienz von Solarthermieranlagen durch die Verwendung von hocheffizienten Latentwärmespeichermaterialien wurden im Wesentlichen erreicht.

Es wurden hoch wärmeleitfähige polymergetragene Latentwärmespeichermaterialien auf Basis von Paraffinen und Wärmeleitadditiven entwickelt. Durch Einarbeitung von hexagonalem Bornitrid mit einer speziellen Korngrößenverteilung bzw. Carbonnanotubes (MWCNT) oder auch synergistischer Mischungen beider Additive über Extrusionsverfahren konnten PCM- Verbundmaterialien mit einer 3- bis 5fach höheren Wärmeleitfähigkeit als das nicht addivierte Compound erreicht werden. Beim Einsatz der synergistischen Additivmischung, z.B. 20wt% MWCNT/10wt% Bornitrid konnte außerdem die Migration von Paraffin gegenüber des ungefüllten PCM- Composites um 50- 60% verringert werden.

Mit ausgewählten PCM- Versuchsgranulaten wurden in einem Labor- Luftspeicher Versuche zur Aus- und Einspeicherung von Wärmeenergie durchgeführt und die erhöhte Effizienz der entwickelten PCM- Materialien nachgewiesen. An einem Laborversuchsstand wurden über einen längeren Zeitraum Versuche zur Ein- und Auskopplung von solarer Energie in einen mit dem Versuchsgranulat beladenen Wasserspeicher durchgeführt.

Diese Grundlagenuntersuchungen waren sehr breit angelegt, da gegenwärtig nur wenige Arbeiten in Bezug auf die Herstellung und Charakterisierung wärmeleitfähiger und polymergetragener PCM- Materialien bekannt geworden sind.

Die geleistete Arbeit im Rahmen des Vorhabens wird deshalb als angemessen betrachtet. Kostenseitig entsprechen die Arbeiten im Wesentlichen den geplanten Ausgaben des Antrages.

#### **IV. Darstellung der Innovationspotenziale und Applikationsmöglichkeiten**

Im Rahmen der Grundlagenuntersuchungen an PCM- Composites konnte gezeigt werden, dass die Performance dieser polymergetragener Latentwärmespeichermaterialien durch die Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit wesentlich verbessert werden kann. Zur Optimierung des Managements von Prozessen der thermischen Energiespeicherung ist die Effizienz der Speichermaterialien von grundlegender Bedeutung. Die umfangreichen Untersuchungen haben gezeigt, dass die PCM- Composites ein hohes Innovationspotenzial besitzen. Weiterer Forschungsbedarf besteht insbesondere hinsichtlich der Erweiterung der Rezepturen/Herstellungsverfahren auf höherkapazitive Latentwärmespeichermaterialien und auch auf PCM mit anderen Arbeitstemperaturen. Als weitere relevante Schwerpunktthemen zukünftiger Entwicklungstätigkeit haben sich die Erhöhung der Auslaufsicherheit bei maximaler Zyklenstabilität sowie die Anpassung von Composite- Rezepturen an unterschiedliche Verarbeitungsverfahren.

Die Speicherung von Wärmeenergie sowie das thermische Management ist von grundlegender Bedeutung zur Reduzierung des Energieverbrauches. Insbesondere ist es auch erforderlich, hohe Energiespeicherdichten bei kleinen Ein- und Ausspeicherzeiten. Die möglichen Einsatzgebiete dieser Materialien ist groß, breit gefächert und umfasst nahezu alle Bereiche der Wirtschaft und der privaten Haushalte. Auf Grund der vielfältigen Formgestaltungsmöglichkeiten der polymergebundenen Materialien liegt das Anwendungspotenzial hauptsächlich in der mittel- und kleinständigen Wirtschaft. Applikationsmöglichkeiten ergeben sich z.B. in der Lüftungs- und Kältetechnik, der Elektronik zur schnellen Abführung von Wärme von Bauteilen, in der Automobilindustrie für das Wärmemanagement in Fahrzeugen. Mit zunehmender Verknappung der Ressourcen wird sich das Anwendungspotenzial von Latentwärmespeichermaterialien weiterhin sehr stark vergrößern.

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens sollen vor allem durch Technologietransfer in Klein- und Mittelständige Firmen erfolgen.

#### **V. Angaben zu erworbenen bzw. angemeldeten Schutzrechten für Vorhabensergebnisse**



Es wurden bislang noch keine Schutzrechte beantragt. Im Zuge der laufenden Patentrecherche wird geprüft, ob Möglichkeiten zur schutzrechtlichen Absicherung der Vorhabensergebnisse bestehen.

#### **VI. Zusammenstellung aller erfolgten bzw. geplanten Veröffentlichungen (Artikel in Zeitschriften, Seminare, Schulungen, Vorträge, Messen, Ausstellungen, Präsentationen)**

Die Forschungsergebnisse werden über die Internetseite der Forschungsstelle sowie in der Veröffentlichung im Jahresbericht 2013 des Thüringischen Institutes für Textil- und Kunststoff- Forschung e.V. einem breiten Fachpublikum zugänglich gemacht. Weitere Präsentationen sollen auf Messen, insbesondere der Kunststoffbranche in Form von Flyern und Postern erfolgen. Eine Publikation ist für Fachzeitschriften geplant.

#### **VII. Danksagung**

Wir danken dem Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie für die Förderung des Forschungsvorhabens, Reg.-Nr.: VF100007

## Anlage

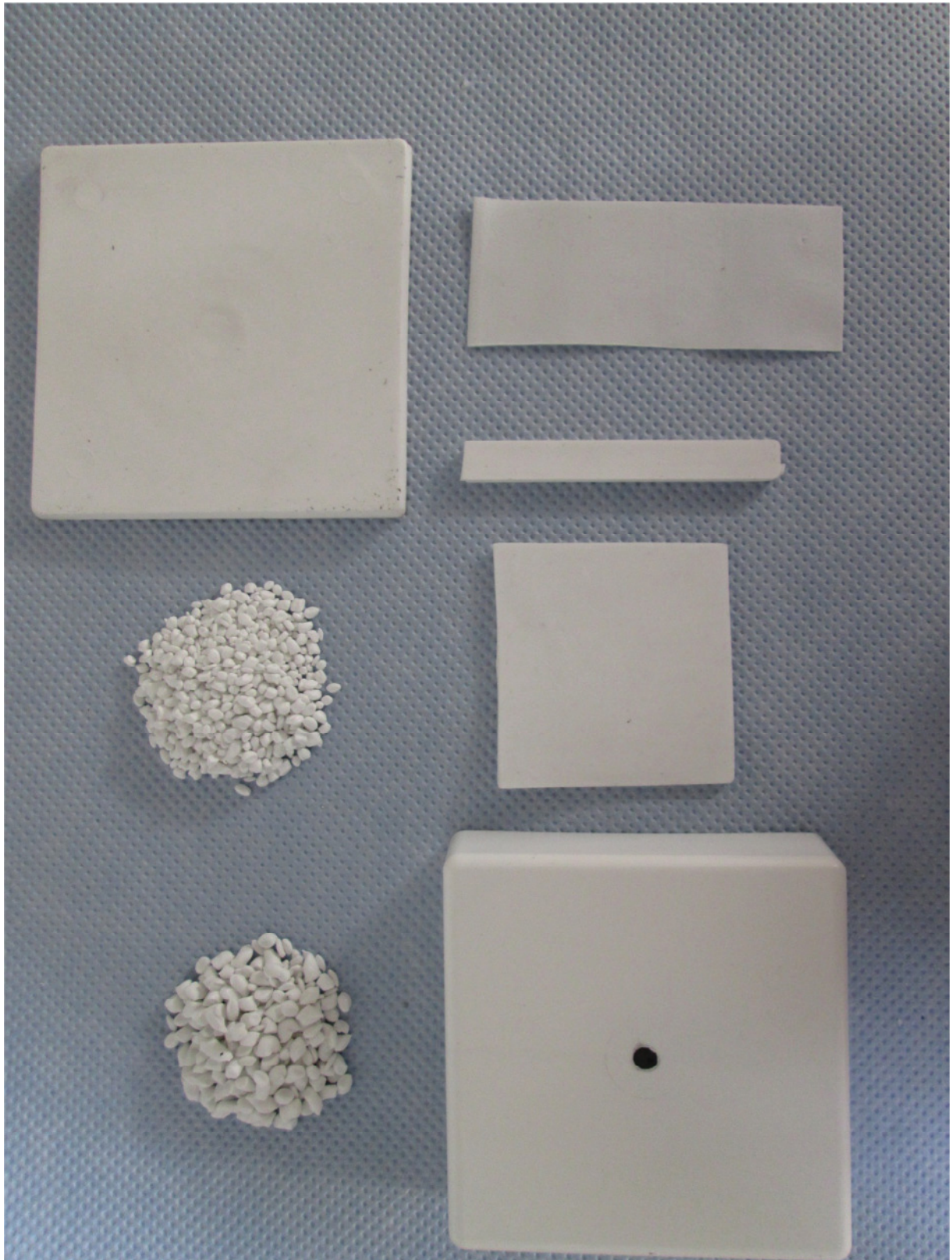


Abb.: RT60/..BN- Serie (Granulat, Folie, Spritzkörper)

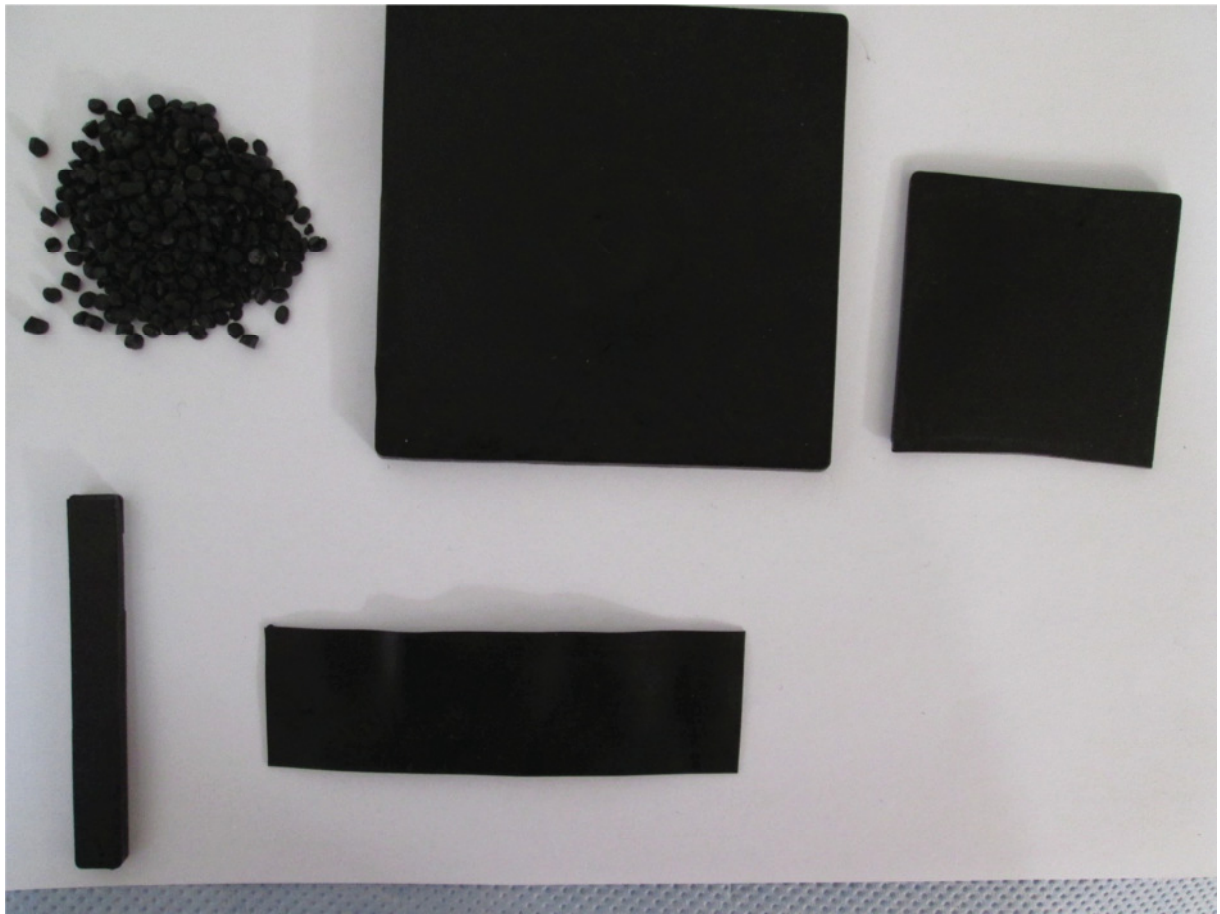


Abb.: RT60/... NT- Serie, RT60/...NT/BN- Serie